

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 3月26日

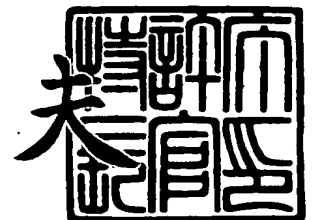
出願番号
Application Number: 特願2003-084055
[ST. 10/C]: [JP2003-084055]

出願人
Applicant(s): 理学電機株式会社

2003年11月27日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3098309

【書類名】 特許願

【整理番号】 1839

【提出日】 平成15年 3月26日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G01N 23/207

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都昭島市松原町 3 丁目 9 番 1 2 号 理学電機株式会
社内

 【氏名】 表 和彦

【特許出願人】

 【識別番号】 000250339

 【氏名又は名称】 理学電機株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100091421

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 鈴木 利之

 【電話番号】 03-3567-4315

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 065630

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 X線回折装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 次の特徴を備える X 線回折装置。

(a) この X 線回折装置は入射光学系(22)と試料支持機構(24)と受光光学系(26)と受光光学系回転手段(30)とを備えていて、前記入射光学系(22)から出射した X 線が、前記試料支持機構(24)に支持された試料(60)に入射して、この試料(60)で回折した X 線が前記受光光学系(26)で検出されるようになっている。

(b) 前記受光光学系回転手段(30)は、前記試料(60)に入射する X 線の方角に対する前記受光光学系(26)の光軸のなす角度(2θ)を変更するために、前記受光光学系(26)を第 1 の回転中心線(32)の回りに回転させる機能を有する。

(c) 前記入射光学系(22)は X 線源(66)と多層膜ミラー(76)とを備えていて、前記多層膜ミラー(76)は、前記 X 線源から出射される X 線を前記第 1 の回転中心線(32)に垂直な平面内で平行化する機能を有する。

(d) 前記試料支持機構(24)は姿勢制御手段(36, 40)を備えていて、この姿勢制御手段(36, 40)は、前記試料(60)の表面の法線(61)が前記第 1 の回転中心線(32)に実質的に平行になるように前記試料(60)を第 1 の姿勢に維持する状態と、前記試料(60)の表面の法線(61)が前記第 1 の回転中心線(32)に実質的に垂直になるように前記試料(60)を第 2 の姿勢に維持する状態との間で、前記試料支持機構(24)の状態を移動する機能を有する。

(e) 前記試料支持機構(24)は第 1 の入射角制御手段(36, 40)を備えていて、この第 1 の入射角制御手段(36, 40)は、前記試料(60)が前記第 1 の姿勢にあるときに、前記入射光学系(22)から出射した X 線が前記試料(60)の表面に入射するときの入射角度(α)を変更するもので、前記第 1 の回転中心線(32)に対して実質的に垂直な第 2 の回転中心線(37)の回りに前記試料(60)を回転させる機能を有する。

(f) 前記試料支持機構(24)は第 2 の入射角制御手段(34)を備えていて、この第 2 の入射角制御手段(34)は、前記試料(60)が前記第 2 の姿勢にあるときに、前記入射光学系(22)から出射した X 線が前記試料(60)の表面に入射するときの入射角度(α)を変更するもので、前記第 1 の回転中心線(32)の回りに前記試料(60)を回

転させる機能を有する。

【請求項 2】 請求項 1 に記載の X 線回折装置において、前記姿勢制御手段 (36, 40) と前記第 1 の入射角制御手段 (36, 40) とが共通の機構 (36, 40) で実現されていることを特徴とする X 線回折装置。

【請求項 3】 請求項 1 に記載の X 線回折装置において、前記多層膜ミラー (76) は、前記第 1 の回転中心線 (32) に垂直な第 1 の平面 (X Y 平面) 内で X 線を平行化するための放物面形状からなる第 1 の反射面 (96) と、前記第 1 の平面 (X Y 平面) に垂直な第 2 の平面 (Y Z 平面) 内で X 線を平行化するための放物面形状からなる第 2 の反射面 (97) とを有することを特徴とする X 線回折装置。

【請求項 4】 請求項 1 に記載の X 線回折装置において、前記多層膜ミラー (76) は、前記第 1 の回転中心線 (32) に垂直な第 1 の平面 (X Y 平面) 内で X 線を平行化するための放物面形状からなる第 1 の反射面 (96) と、前記第 1 の平面 (X Y 平面) に垂直な第 2 の平面 (Y Z 平面) 内で X 線を試料上に集束させるための楕円弧面形状からなる第 2 の反射面 (97a) とを有することを特徴とする X 線回折装置。

【請求項 5】 請求項 1 に記載の X 線回折装置において、前記受光光学系 (26) は前記第 2 の回転中心線 (37) の回りにも回転できることを特徴とする X 線回折装置。

【請求項 6】 請求項 1 に記載の X 線回折装置において、前記試料支持機構 (24) は、前記試料の表面に垂直な方向 (W 方向) に前記試料を移動させる機構と、前記試料の表面に平行な平面内で前記試料を 2 次元方向 (U, V 方向) に並進移動させる機構と、前記試料の表面を通過して互いに直交する二つの回転中心線の回りに試料を回転 (R_u , R_v 回転) させる機構と、前記試料を面内回転 (ϕ 回転) させる機構とを備えていることを特徴とする X 線回折装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明はインプレーン (in-plane) 回折測定が可能な X 線回折装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

インプレーン回折測定とは、図1(a)に示すように、試料表面10に対してすれすれの入射角度 α で（例えば、0.1～0.5度程度の微小入射角度で）X線12を入射して、試料表面10にすれすれの出射角度 β のところで回折X線14を検出するようにした測定手法をいう。想像線で示す円16は試料平面10を含む平面を表している。このインプレーン回折は、試料表面にほぼ垂直な結晶格子面でX線が回折したときに生じる現象である。試料表面10を含む平面16とほぼ同じ平面内で回折X線を検出しているのでインプレーン（in-plane）と呼ばれる。このインプレーン回折測定を用いると試料の表面付近だけの結晶情報を得ることができるので、インプレーン回折測定は特に薄膜試料の分析に用いられている。

【0003】

一方、X線ディフракトメーターを用いて通常のX線回折測定をする場合には、図1(b)に示すように、試料表面10の法線18と入射X線12とを含む平面20内で回折X線14を検出している。このような通常の測定手法を、この明細書では、インプレーン回折測定と対照させてアウトオブプレーン（out-of-plane）回折測定と呼ぶことにする。薄膜試料についてアウトオブプレーン回折測定をする場合にも、薄膜の下地からの影響を少なくするために、試料表面に対してすれすれの入射角度 α でX線12を試料表面10に入射させることがある。そのとき、薄膜試料のアウトオブプレーン回折測定では、試料表面10に対してX線の入射角度 α を固定して測定する、いわゆる非対称のX線回折測定となる。この場合、集中法の光学系ではなくて、平行ビーム法の光学系を使うことになる。

【0004】

インプレーン回折測定を実施するには、通常のアウトオブプレーン回折測定用のX線回折装置とは別個の専用の装置が必要である。しかし、インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定とを、共通のX線回折装置で実施できるようにしたいという要望がある。そこで、これが可能なものとして、次の特許文献1に開示された装置が知られている。

【0005】

【特許文献1】

特開平11-304731号公報

【0006】

この特許文献1の装置を用いて薄膜試料のインプレーン回折測定をするには、次のようにする。試料の姿勢としては、試料表面を鉛直に立てる。X線検出器の動きは、水平な回転中心線の回りにX線検出器が回転する（すなわち、鉛直面内で回転する）ようになっている。そして、水平に進行してくる入射X線を試料表面に対してすれすれに入射して、X線検出器を鉛直面内で回転することで、試料表面からのインプレーン回折線を捉えている。

【0007】

一方、同じ特許文献1の装置を用いて、 $\theta - 2\theta$ 方式でX線回折測定（アウトオブプレーン回折測定）するには、次のようにしている。試料の姿勢は、インプレーン回折測定のとおりと同じで、試料表面を鉛直に立てている。X線検出器の動きは、インプレーン回折測定のとおりとは異なり、鉛直な回転中心線の回りにX線検出器が回転する（すなわち、水平面内で回転する）ようになっている。そして、水平に進行してくる入射X線に対して、試料を鉛直な回転中心線の回りに角度 θ だけ回転させ、これに連動させて、X線検出器を上述の θ 回転と共通な回転中心線の回りに角度 2θ だけ回転させて、試料表面からの回折X線を検出している。もし、このX線回折装置を用いて薄膜試料のアウトオブプレーン回折測定をするのならば、平行ビーム法を用いて、試料表面に対してすれすれにX線を入射して、X線検出器だけを鉛直な回転中心線の回りに回転させて回折X線を測定する方法も有効である。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

上述した従来の特許文献1のX線回折装置を使えば、原理的には、薄膜試料についてインプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定の両方が可能である。アウトオブプレーン回折測定では、X線検出器を水平面内で回転させており、X線検出器のこのような回転は通常のゴニオメータの機構で実現でき、その角度

制御も高精度にできる。したがって、検出する回折角度の分解能が高くなる。一方、インプレーン回折測定では、同じX線検出器を鉛直面内で回転させることが必要になり、こちらの回転については、重力に抗して回転させる関係上、その角度制御を高精度にするのが難しい、という問題がある。また、たとえ鉛直面内でも高精度の回転を実現できたとしても、水平面内と鉛直面内の両方においてX線検出器を高精度に回転させるには、その回転制御機構が高価なものになる。

【0009】

この発明は上述の問題点を解決するためになされたものであり、その目的は、インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定の両方が可能で、かつ、どちらの回折測定も高分解能の測定ができるようなX線回折装置を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】

この発明のX線回折装置は以下に示すような特徴を備えている。理解を容易にするために、図2～図5に示す実施態様における対応要素を括弧付きの符号で示してあるが、この発明はこの実施態様に限定されるものではない。

【0011】

この発明のX線回折装置は入射光学系(22)と試料支持機構(24)と受光光学系(26)と受光光学系回転手段(30)とを備えている。前記入射光学系(22)から出射したX線は、前記試料支持機構(24)に支持された試料(60)に入射して、この試料(60)で回折したX線が前記受光光学系(26)で検出される。前記受光光学系回転手段(30)は、前記試料(60)に入射するX線の方角に対する前記受光光学系(26)の光軸のなす角度(2θ)を変更するために、前記受光光学系(26)を第1の回転中心線(32)の回りに回転させる機能を有する。前記入射光学系(22)はX線源(66)と多層膜ミラー(76)とを備えていて、前記多層膜ミラー(76)は、前記X線源から出射されるX線を前記第1の回転中心線(32)に垂直な平面内で平行化する機能を有する。前記試料支持機構(24)は姿勢制御手段(36, 40)を備えていて、この姿勢制御手段(36, 40)は、前記試料(60)の表面の法線(61)が前記第1の回転中心線(32)に実質的に平行になるように前記試料(60)を第1の姿勢に維持する状態と、前記試料(60)の

表面の法線(61)が前記第 1 の回転中心線(32)に実質的に垂直になるように前記試料(60)を第 2 の姿勢に維持する状態との間で、前記試料支持機構(24)の状態を移動する機能を有する。前記試料支持機構(24)は、また、第 1 の入射角制御手段(36, 40)を備えていて、この第 1 の入射角制御手段(36, 40)は、前記試料(60)が前記第 1 の姿勢にあるときに、前記入射光学系(22)から出射した X 線が前記試料(60)の表面に入射するときの入射角度(α)を変更するもので、前記第 1 の回転中心線(32)に対して実質的に垂直な第 2 の回転中心線(37)の回りに前記試料(60)を回転させる機能を有する。前記試料支持機構(24)は、さらに、第 2 の入射角制御手段(34)を備えていて、この第 2 の入射角制御手段(34)は、前記試料(60)が前記第 2 の姿勢にあるときに、前記入射光学系(22)から出射した X 線が前記試料(60)の表面に入射するときの入射角度(α)を変更するもので、前記第 1 の回転中心線(32)の回りに前記試料(60)を回転させる機能を有する。

【 0 0 1 2 】

試料を前記第 1 の姿勢に維持して、受光光学系を第 1 の回転中心線の回りに回転させると、インプレーン回折測定が可能になる。一方、試料を前記第 2 の姿勢に維持して、受光光学系を第 1 の回転中心線の回りに回転させると、アウトオブプレーン回折測定が可能になる。このように、この発明によれば、共通する回折平面内において、インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定が可能になり、共通する回折平面内で分解能を高める工夫さえすれば、インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定をどちらも高分解能で実施できる。

【 0 0 1 3 】

前記姿勢制御手段(36, 40)と前記第 1 の入射角制御手段(36, 40)は共通の機構(36, 40)で実現することができる。

【 0 0 1 4 】

前記多層膜ミラー(76)のひとつのタイプは、前記第 1 の回転中心線(32)に垂直な第 1 の平面(X Y 平面)内で X 線を平行化するための放物面形状からなる第 1 の反射面(96)と、前記第 1 の平面(X Y 平面)に垂直な第 2 の平面(Y Z 平面)内で X 線を平行化するための放物面形状からなる第 2 の反射面(97)とを備えている。このタイプの多層膜ミラーを使うと、回折平面内で入射 X 線を平行化しているほか

に、それと垂直な平面内でも入射 X 線を平行化しているので、入射角度 α の発散を小さくでき、例えば試料の深さ方向の情報の変化を測定するのに適している。

【0 0 1 5】

前記多層膜ミラー(76)の別のタイプは、前記第 1 の回転中心線(32)に垂直な第 1 の平面(X Y 平面)内で X 線を平行化するための放物面形状からなる第 1 の反射面(96)と、前記第 1 の平面(X Y 平面)に垂直な第 2 の平面(Y Z 平面)内で X 線を試料上に集束させるための楕円弧面形状からなる第 2 の反射面(97a)とを備えている。このタイプの多層膜ミラーを使うと、回折平面に垂直な平面内では X 線が集束するので、試料上の X 線照射強度が強くなり、強度優先の測定に向いている。

【0 0 1 6】

前記受光光学系(26)は前記第 2 の回転中心線(37)の回りにも回転できるようにしてもよい。これにより、出射角度 β を変えてインプレーン回折測定をすることができる。

【0 0 1 7】

前記試料支持機構(24)には、次のような 6 軸運動機構を設けることができる。すなわち、前記試料の表面に垂直な方向(W 方向)に前記試料を移動させる機構と、前記試料の表面に平行な平面内で前記試料を 2 次元方向(U, V 方向)に並進移動させる機構と、前記試料の表面を通過して互いに直交する二つの回転中心線の回りに試料を回転(R_u , R_v 回転)させる機構と、前記試料を面内回転(ϕ 回転)させる機構である。

【0 0 1 8】

【発明の実施の形態】

次に、この発明の実施形態を図面を参照して説明する。図 2 は、この発明の X 線回折装置のひとつの実施形態を示す斜視図である。この X 線回折装置は入射光学系 2 2 と試料支持機構 2 4 と受光光学系 2 6 と受光光学系回転台 3 0 とから成る。

【0 0 1 9】

まず、試料支持機構 2 4 と受光光学系回転台 3 0 を説明する。図 3 は試料支持

機構 24 と受光光学系回転台 30 の斜視図であり、図 4 はその動きだけを示した斜視図である。図 3 と図 4 において、三次元の直交座標系として、水平面内に X 軸と Y 軸をとり、これらに垂直に Z 軸をとることにする。静止するベース 28 には受光光学系回転台 30 が設けられていて、この受光光学系回転台 30 はベース 28 に対して回転中心線 32（図 4 を参照）の回りを回転できる。この回転を 2θ 回転と呼ぶことにする。回転中心線 32 は Z 軸に平行であり、鉛直方向に延びている。受光光学系回転台 30 には、後述するように、受光光学系 26 が固定されていて、受光光学系回転台 30 を回転することで、受光光学系 26 の全体を水平面内で回転させることができる。この 2θ 回転には高分解能（例えば、1 万分の 1 度の角度再現性がある）の回転制御機構を採用する。

【0020】

図 3 に示す部品のうち、受光光学系回転台 30 は試料の支持には関係がないので試料支持機構 24 には含まれない。それ以外の部品が試料支持機構 24 に含まれる。

【0021】

ベース 28 には湾曲ガイド回転台 34 も設けられていて、この湾曲ガイド回転台 34 もベース 28 に対して上述の回転中心線 32 の回りを回転できる。この回転を ω 回転と呼ぶことにする（図 4 を参照）。湾曲ガイド回転台 34 を回転することで、その上の湾曲ガイド 36 を水平面内で回転させることができる。受光光学系回転台 30 と試料回転台 34 は互いに独立に回転できる。 ω 回転についても高分解能の回転制御機構を採用する。

【0022】

湾曲ガイド回転台 34 の上には湾曲ガイド 36 が固定されている。湾曲ガイド 36 の一端 62 は試料 60 よりも高い位置にあり、この一端 62 の近傍に X 線通過孔 63 が形成されている。この X 線通過孔 63 はインプレーン回折測定のためにここから入射 X 線を入射させるためのものである。湾曲ガイド 36 の他端 64 は試料 60 よりも低い位置にある。

【0023】

湾曲ガイド 36 の円弧状の内面 38 には姿勢変更台 40 が取り付けられていて

、この姿勢変更台 40 は、湾曲ガイド 36 の内面 38 に沿って水平な回転中心線 37 の回りを約 90 度の角度範囲内で回転できる。この回転を χ (カイ) 回転と呼ぶことにする (図 4 を参照)。姿勢変更台 40 が図 3 に示す位置にあるときは試料 60 の姿勢がほぼ水平状態になり、このときにインプレーン回折測定を実施するようになっている。姿勢変更台 40 が湾曲ガイド 36 の内面に沿って移動して湾曲ガイド 36 の一端 62 の付近まで移動すると、試料 60 の姿勢が鉛直状態になり、このときにアウトオブプレーン回折測定を実施するようになっている。

【0024】

姿勢変更台 40 の上には試料回転台 42 が設けられていて、この試料回転台 42 は、姿勢変更台 40 の上面 44 に垂直な回転中心線 45 (図 4 を参照) の回りに回転できる。この回転を ϕ 回転と呼ぶことにする。(図 4 を参照)。この ϕ 回転は試料 60 を面内回転させるものである。

【0025】

試料回転台 42 の上面には調整台支持台 46 が固定されている。調整台支持台 46 の上面は円弧状に凹んだ湾曲面になっていて、この湾曲面の上に第 1 調整台 48 が湾曲面に沿って移動可能に設けられている。第 1 調整台 48 の下面は、調整台支持台 46 の上面の湾曲面に適合するような、下に凸の円弧状の湾曲面となっている。この第 1 調整台 48 は、調整台支持台 46 の湾曲面上を移動することで、調整台支持台 46 に対して、姿勢変更台 40 の回転中心線 37 と同軸の回転中心線の回りを、微小角度範囲内で回転できる。この回転を R_u 回転と呼ぶことにする (図 4 を参照)。第 1 調整台 48 の上面も円弧状に凹んだ湾曲面になっていて、この湾曲面の上に第 2 調整台 50 が移動可能に設けられている。第 2 調整台 50 の下面も、第 1 調整台 48 の上面の湾曲面に適合するような、下に凸の円弧状の湾曲面となっている。この第 2 調整台 50 は、第 1 調整台 48 の湾曲面上を移動することで、第 1 調整台 48 に対して、水平な回転中心線の回りを、微小角度範囲内で回転できる。この回転を R_v 回転と呼ぶことにする。(図 4 を参照)。第 1 調整台 48 の回転中心線と第 2 調整台 50 の回転中心線は、どちらも試料 60 の表面を通過して、互いに直交している。第 1 調整台 48 と第 2 調整台 50 は、試料回転台 42 に対する試料 60 の姿勢を微調整するためのものであり、

第1調整台48と第2調整台50をそれぞれ微小角度範囲内で回転させることで、試料表面の法線61を試料回転台42の回転中心線45（図4を参照）に一致させることができる。

【0026】

第2調整台50には昇降台52が設けられていて、この昇降台52は、第2調整台50の上面に垂直な方向に移動できる（図4のW方向の移動）。もし第2調整台50の上面が図3に示すような水平状態にあるならば、昇降台52はZ軸方向に昇降することになる。このW方向の移動は、試料60の厚さに応じて、試料表面をX線照射位置にもってくるためのものである。昇降台52の上面には第1の並進ガイド54が固定されている。この第1の並進ガイド54の上面には第2の並進ガイド56がスライド可能に載っている。第2の並進ガイド56は、第1の並進ガイド54の上面のガイド溝に沿って、第1の並進方向に移動できる（図4のU方向の移動）。図3に示す状態では、第2の並進ガイド56の移動方向はX方向と一致する。第2の並進ガイド56の上面には試料台58がスライド可能に載っている。試料台58は、第2の並進ガイド56の上面のガイド溝に沿って、第2の並進方向に移動できる（図4のV方向の移動）。図3に示す状態では、試料台58の移動方向はY方向と一致する。第1の並進方向と第2の並進方向は互いに直交している。試料台58の上面には試料60を取り付けることができる。第2の並進ガイド56と試料台58の並進運動により、試料60をその試料表面に平行な面内で2次元方向に移動させることができ、これによって、試料表面上のX線照射位置を変えることができる。

【0027】

次に、図2と図5を参照して、入射光学系22を説明する。図5は図2の平面図であり、部分的に装置内部を示している。これらの図において、入射光学系22はX線管66と多層膜ミラー装置68と入射側モノクロメータ装置70と入射スリット装置72とから成る。X線管66は回転対陰極74を備えている。回転対陰極74は水平な回転中心線の回りを回転するもので、ポイントフォーカスでX線を取り出している。多層膜ミラー装置68は多層膜ミラー76（図5を参照）を内部に収納している。

【0028】

この多層膜ミラー76は、図6に示すように、人工多層膜で形成された放物面形状の第1の反射面96を有する第1のミラーと、人工多層膜で形成された放物面形状の第2の反射面97を有する第2のミラーとを、その側縁のところで約90度の角度をもって互いに結合したものであり、いわゆるサイド・バイ・サイド (side-by-side) の構造の多層膜ミラーである。この多層膜ミラー76を使うことで、X線管のX線焦点67から出射されたX線ビーム（発散していくビームである）を、XY平面内においても、YZ平面内においても、平行化することができる。最初に第1の反射面96で反射したX線は、さらに、第2の反射面97で反射して出て行く。一方、最初に第2の反射面97で反射したX線は、さらに、第1の反射面96で反射して出て行く。第1の反射面96はXY平面内でX線を平行化するものであり、第2の反射面97はYZ平面内でX線を平行化するものである。X線焦点67から発散するX線ビームを放物面で集めて平行化しているので、輝度の高い平行ビームが得られる。この多層膜ミラーを用いることで、X線の発散角を例えば0.04°以内に収めることができる。このような平行度では不十分なときは、後述するように、入射側モノクロメータ装置を用いることになる。

【0029】

図2に戻って、入射側モノクロメータ装置70は、内部に複数のモノクロメータを備えていて、これらを切り換えて使用できるようになっている。図5では4結晶モノクロメータ78を使っているところを示している。入射側モノクロメータ装置70を利用することで、入射X線がさらに単色化かつ平行化されて、高分解能のX線回折測定が可能になる。

【0030】

図7は入射側モノクロメータ装置70の内部を模式的に示した斜視図である。3種類のモノクロメータを上下に並べて配置している。すなわち、Ge(220)面を反射面として利用した4結晶モノクロメータ78（反射ピークの半価幅は角度にして12秒）と、Si(400)面を反射面として利用した2結晶モノクロメータ98（4回反射を使うもの。反射ピークの半価幅は角度にして3.6秒

)と、Si(220)面を反射面として利用した4結晶モノクロメータ100(反射ピークの半価幅は角度にして5.5秒)とを備えている。これらのモノクロメータを上下に移動させることで、所望のモノクロメータをX線光路に挿入することができる。

【0031】

図8(a)は4結晶モノクロメータの作用を示した平面図である。図8(b)は2結晶モノクロメータの4回反射の作用を示した平面図である。

【0032】

モノクロメータを上下に移動させて交換する場合、交換後のモノクロメータの位置調整はサインバー方式による微調整で済むようになっている。図9は、図7の4結晶モノクロメータ78(前半の反射面ペアと後半の反射面ペアからなる)の後半の反射面ペア102についての微調整機構を示す平面図である。反射面ペア102は結晶支持台104に取り付けられている。結晶支持台104は昇降機構106に取り付けられていて昇降ガイド108に沿って昇降可能である。昇降ガイド108にはサインバー110の根元が固定されていて、サインバー108の先端を押し棒112で押すことで、昇降ガイド108を微小角度だけ回転させることができる。昇降ガイド108が回転すると結晶支持台104も回転し、これにより、反射面ペア102の回転角度を微調整できる。この微調整により、X線ビームをうまく取り出せるようになる。サインバー110の長さを例えば100mmにした場合、1万分の1度以下の角度精度で調整が可能である。

【0033】

図7の4結晶モノクロメータ78の前半の反射面ペアについても、上述の後半の反射面ペア102と同様に、サインバー方式の微調整機構が設けられている。そして、ほかの4結晶モノクロメータ100の2組の反射面ペアや、2結晶モノクロメータ98についても、同様のサインバー方式の微調整機構が設けられている。

【0034】

入射側モノクロメータ装置70に入射するX線の位置が同じであると仮定すると、4結晶モノクロメータから2結晶モノクロメータに(あるいは、その逆に)

交換した場合、入射側モノクロメータ装置 70 から出てくる X 線の位置が変化する。そこで、この実施形態では、入射側モノクロメータ装置 70 から出てくる X 線の位置を同じにするために、入射側モノクロメータ装置 70 において 4 結晶モノクロメータを選択するか 2 結晶モノクロメータを選択するかに応じて、X 線管 66 と多層膜ミラー装置 68 を図 2 の X 方向にシフトするようにしている。なお、このようにする代わりに、X 線管 66 と多層膜ミラー装置 68 をそのままにして、入射側モノクロメータ装置 70 から出射される X 線の位置に応じて、図 2 の試料支持機構 24 と受光光学系 26 の方を X 方向にシフトしてもよい。

【0035】

次に、受光光学系を説明する。図 2 と図 5 において、受光光学系 26 は受光スリット装置 80 とアナライザー装置 82 と X 線検出器 84 とからなる。アナライザー装置 82 は、内部に 2 種類のモノクロメータと 1 個のソーラスリットを備えていて、これらを切り換えて使用できるようになっている。図 5 では 2 結晶モノクロメータ 86 を使っているところを示している。

【0036】

図 10 はアナライザー装置 82 の内部を模式的に示した斜視図である。上から順に、ソーラスリット 114 と、Si (400) 面を反射面として利用した 2 結晶モノクロメータ 86 (4 回反射を使うもの。反射ピークの半価幅は角度にして 3.6 秒) と、Ge (220) 面を反射面として利用した 2 結晶モノクロメータ 118 (4 回反射を使うもの。反射ピークの半価幅は角度にして 12 秒) である。これらを上下に移動させることで、所望のモノクロメータまたはソーラスリットを X 線光路に挿入することができる。挿入後のモノクロメータの位置調整は上述のサインバー方式による。2 結晶モノクロメータの 4 回反射の作用は、図 8 (b) に示したものである。図 8 (c) はソーラスリットの平面図を示している。ソーラスリットで得られる平行度は例えば発散角が 0.1° 以内である。アナライザー装置 82 の使い方としては、強度優先の場合は、ソーラスリット 114 を選択し、逆格子マップの作成などのように分解能優先の場合は、2 結晶モノクロメータを選択する。

【0037】

図2に戻って、X線検出器84はシンチレーションカウンタであり、このX線検出器84は、図5に示すように、ガイド88に沿って受光光学系の光軸に垂直な方向に移動させることができる。アナライザ装置82において2結晶モノクロメータ86からソーラスリット114に切り換えたときは、X線ビームが出てくる位置がシフトするので、X線検出器84を図5の矢印90の方向に移動させる必要がある。

【0038】

図2において、受光スリット装置80とアナライザ装置82とX線検出器84は検出器支持台92に取り付けられている。この検出器支持台92は、直立している円弧状のガイド94に支持されていて、このガイド94に沿って鉛直面内を所定角度範囲で回転できるようになっている。その回転中心線はX軸に平行であって試料表面の中心を通過する。この回転中心線は、湾曲ガイド62が図2の位置にあるときは、姿勢変更台40の回転中心線37と一致する。この回転を、カウンタ χ 回転と呼ぶことにする。試料60が水平状態（インプレーン回折測定の状態）にあり、かつ、入射光学系22の光軸と受光光学系26の光軸とが直線上にあるときは、試料60の χ 回転の回転中心線37と、受光光学系26のカウント χ 回転の回転中心線は一致する。

【0039】

直立しているガイド94は水平なアーム120の先端に固定されていて、アーム120の根元は受光光学系回転台30に固定されている。受光光学系回転台30が 2θ 回転すると、受光光学系26の全体が 2θ 回転することになる。

【0040】

このX線回折装置の各種の駆動機構の仕様をまとめると次のとおりである。

ω 回転： $-95^{\circ} \sim +185^{\circ}$ ，分解能 0.0001° ，エンコーダ制御

2θ 回転： $-160^{\circ} \sim +160^{\circ}$ ，分解能 0.0001° ，エンコーダ制御

χ 回転： $+92^{\circ} \sim -5^{\circ}$ ，分解能 0.001°

カウンタ χ 回転： $-2^{\circ} \sim +12^{\circ}$ ，分解能 0.001°

U，V移動：ストローク100mm，分解能0.001mm

W移動： $-20\text{mm} \sim +1\text{mm}$ ，分解能0.0005mm

R_u , R_v 回転: $-3^\circ \sim +3^\circ$, 分解能 0.001°

ϕ 回転: $\pm 185^\circ$, 分解能 0.0001° , フルクローズエンコーダ制御

【0 0 4 1】

上述の駆動機構の仕様において, ω 回転の原点は図 1 2 に示す位置であり, 上から見て時計回りを正方向とする。 2θ 回転の原点は図 1 2 に示す位置であり, 上から見て時計回りを正方向とする。 χ 回転の原点は図 1 2 に示す位置であり, 入射光学系 2 2 から見て反時計回りを正方向とする。カウンタ χ 回転の原点は図 1 2 に示す位置 (検出器支持台 9 2 が水平状態) であり, 上方に回転するのを正方向とする。W 移動は図 3 において試料台 5 8 の表面が X 線照射位置にあるときを原点とし, 試料台 5 8 が姿勢変更台 4 0 から離れる方向を正方向とする。 R_u , R_v 回転は図 3 に示す状態を原点とする。 ϕ 回転は図 3 に示す状態を原点とする。

【0 0 4 2】

次に, この X 線回折装置の使用方法を説明する。まず, 薄膜試料のインプレーン回折測定を説明する。試料支持機構 2 4 は図 2 に示すような姿勢に設定する。すなわち, 試料 6 0 の表面をほぼ水平にする。そして, 湾曲ガイド 3 6 の一端 6 2 (X 線通過孔 6 3 が形成されている側) を X 線入射側に向ける。湾曲ガイド 3 6 をこのような位置にすると, 図 3 において, 姿勢変更台 4 0 を湾曲ガイド 3 6 に沿って微小角度だけ χ 回転 (図 4 を参照) させることにより, 入射 X 線の方法 (これは一定である) に対する試料 6 0 の表面の角度, すなわち図 1 (a) の入射角度 α , を調整することができる。

【0 0 4 3】

インプレーン回折測定の最中には, 試料回転台 4 2 を ϕ 回転 (図 4 を参照) させて試料 6 0 をその面内で回転させる。その際に, ϕ 回転の回転中心線 4 5 に対して試料表面が垂直になっていないと, 試料表面が波打つことになる。これを防ぐために, 第 1 調整台 4 8 の R_u 回転と第 2 調整台 5 0 の R_v 回転を微調整して, 昇降台 5 2 の回転中心線 (試料表面の法線 6 1 に等しい) と ϕ 回転の回転中心線 4 5 とを一致させることができる。

【0 0 4 4】

図5において、回転対陰極74から出射されたX線は、多層膜ミラー76で反射して平行ビームになり、さらに、4結晶モノクロメータ78で反射して、より平行化かつ単色化されて、入射スリット装置72を通過し、さらに湾曲ガイド36のX線通過孔63を通過して、試料60に入射する。

【0045】

以上のような状態にしてから、受光光学系26を図5の状態から図11に示すように 2θ 回転させて、試料表面にすれすれの平面内で、回折X線を測定する。これにより、薄膜試料のインプレーン回折測定ができる。このとき、必要に応じて ϕ 軸を回転して、試料の格子面の方向を調整する。

【0046】

その際、図2の検出器支持台92を微小角度だけカウンタ χ 回転させて、図1(a)の出射角度 β を所望の値（例えば、 $0.1 \sim 0.5$ 度程度）に設定しておく。さらに、カウンタ χ 回転の角度を変えることで、出射角度 β をいろいろに変化させてインプレーン回折測定をすることもできる。出射角度 β を変えてインプレーン回折測定をすると、試料表面の結晶情報についての深さ方向の変化を知ることができる。また、このカウンタ χ 回転により、インプレーン回折測定の準備としての縦方向での反射率測定も可能になる。

【0047】

次に、インプレーン回折測定からアウトオブプレーン回折測定に切り換える方法を説明する。まず、図12に示すように、湾曲ガイド回転台34を図2の状態から時計方向に90度だけ ω 回転させる。これにより、湾曲ガイド36の向きを変える。次に、姿勢変更台40を湾曲ガイド36の内面に沿って χ 回転させて、湾曲ガイド36の一端62付近まで移動させる。これにより、試料60の表面を鉛直姿勢にする。図13は図12の状態についての平面図である。

【0048】

次に、図14に示すように、湾曲ガイド回転台34を必要な角度だけ ω 回転させて、試料60の表面に入射するX線12の角度を調整する。そのとき、検出器支持台92は水平に保っておく。次に、例えば、湾曲ガイド回転台34を ω 回転させながら、その2倍の角速度で受光光学系回転台30を回転させて（いわゆる

$\theta - 2\theta$ 走査をして), 回折パターンを測定することができる。これにより, アウトオブプレーン回折測定ができる。また, 図14の状態において, 薄膜測定のために, 入射角を微小角度 α に固定して受光光学系回転台30のみを回転させるいわゆる非対称測定を実施することもできる。

【0049】

以上説明したように, このX線回折装置では, インプレーン回折測定においても, アウトオブプレーン回折測定においても, 高い角度分解能が要求される回折平面は, どちらも水平面内に存在する。そして, この平面内では, (1) 多層膜ミラー76の第1の反射面96によって入射X線が平行化され, (2) 入射側モノクロメータ装置70内の4結晶モノクロメータまたは2結晶モノクロメータによって入射X線がさらに単色化及び平行化され, (3) アナライザー装置82で2結晶モノクロメータを使う場合は, この2結晶モノクロメータによって回折X線が単色化及び平行化され, (4) 受光光学系26では高精度の 2θ 回転制御が行われる。これらの対策によって, インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定の両方で, 高分解能のX線回折測定が可能になっている。

【0050】

この実施形態では, 図6に示す多層膜ミラー67を用いているので, 回折平面(XY平面)内でX線を平行化すると共に, それに垂直なYZ平面内でもX線を平行化している。YZ平面でもX線を平行化すると, 図1に示す入射角度 α の方向での発散が小さくなり, インプレーン回折測定がより高精度になる。

【0051】

次に, 別の実施形態を説明する。上述の実施形態では, 多層膜ミラーとして, 二つの反射面を両方とも放物面形状としたが, 図15に示すように, 第2の反射面97aを楕円弧面形状とすることができる。第1の反射面96は放物面形状のままである。このようにすると, YZ平面内においてはX線は試料表面上で集束する集束ビームとなり, 一方で, XY平面内では平行ビームとなる。例えば, X線焦点67が0.08mm径のポイントフォーカスであるときに, 試料近傍では, 1mm×0.2mmの集束光122となる。これにより, 試料表面上のX線照射強度を上げることができる。強度を優先するときは, この図15のタイプの多

層膜ミラーを用いることができる。この場合でも、XY平面上では平行ビームのままであるから、 2θ 回転方向のX線ビームの平行度（例えば、発散角が 0.04° 以内）は維持され、 2θ 方向の分解能（すなわち、回折角度の分解能）は低下しない。

【0052】

図15のタイプの多層膜ミラーを用いた場合において、強度優先よりも試料の深さ方向の分解能を優先したいときは、入射角度 α の発散を小さくするために、入射スリット装置72において、上下方向の開口幅を制限すればよい。

【0053】

次に、図2のX線回折装置を使った測定例を説明する。測定例1は、この装置の角度分解能を検証したものである。図16は、そのときの入射側モノクロメータ装置及び受光側のアナライザ装置で選択したモノクロメータと、試料の状態とを示す平面図である。入射側モノクロメータ装置ではSi(400)の4回反射の2結晶モノクロメータ124を選択し、アナライザ装置でも、同じ2結晶モノクロメータ126を選択した。そして、試料としては、標準試料として単結晶のSiウェーハ128を用いた。このウェーハ128は、その表面がSi(100)面に平行になっているものである。この試料に対して、インプレーン回折測定を実施して、Si(400)面からの回折X線を検出した。

【0054】

図17は測定例1の測定結果のグラフである。Si(400)の回折ピークのX線強度を、いくつかの等高線で表示している。このグラフを得るには、図16において、まず、 2θ を 69.1° 付近に設定し、かつ、 ω をSi(400)の回折ピークが検出できる位置（その位置を $\Delta\omega = \text{ゼロ}$ とする）にもってくる。次に、微小角度範囲内で 2θ と ω をさまざまに組み合わせて、回折X線の強度を測定する。図16では、 2θ 方向でも ω 方向でも、きわめてシャープな回折ピークが得られており、どちらの方向でも、千分の1度程度の角度分解能が十分にあることが分かる。

【0055】

次に、測定例2を説明する。測定例2は、試料としてサファイア基板上の単結

晶シリコン薄膜を用いた。この試料は、SOS (silicon on sapphire) と呼ばれるものである。シリコン薄膜の厚さは100 nmである。図18は測定例2におけるモノクロメータと試料の配置を示す平面図である。(a)はアウトオブプレーン回折測定の状態であり、(b)はインプレーン回折測定の状態である。どちらも、入射側モノクロメータ装置ではGe (220) の2回反射の2結晶モノクロメータ132を選択し、アナライザー装置も、同じ2結晶モノクロメータ134を選択した。そして、(a)のアウトオブプレーン回折測定では、試料136を垂直に立てて、薄膜表面に平行なSi (400) 面からの回折X線を測定した。一方、(b)のインプレーン回折測定では、試料136を水平にして、薄膜表面に垂直なSi (400) 面とSi (040) 面からの回折X線を測定した。 2θ は69度付近である。

【0056】

図19は上述の測定例2の測定結果のグラフである。SOS試料のSi (004) の回折ピーク (アウトオブプレーン回折測定で得られたもの) は68.9度付近に現れ、SOS試料のSi (400) とSi (040) の回折ピーク (インプレーン回折測定で得られたもの) は69.5度付近に現れている。参考のために、単結晶シリコンウェーハの(400) と(004) の回折ピークも示すと、これは69.1度付近に現れている。ところで、シリコンの単結晶は立方晶なので、歪がない状態ならば、互いに等価な(400) (040) (004) の格子面間隔は等しく、その回折ピークも同じ位置に現れるはずである。これに対して、図19のような測定結果になると言うことは、サファイア基板上の単結晶シリコン薄膜に特定の方向の応力が働いて歪が生じていることを表している。

【0057】

この発明のX線回折装置を用いると、図18に示すように、アウトオブプレーン回折測定とインプレーン回折測定とを同一の装置で実施することができて、しかも、高分解能の測定が可能になる。これによって、薄膜結晶に働く応力(歪)を、従来より容易に、かつ正確に測定することが可能になった。

【0058】

次に、測定例3と測定例4を説明する。これらの測定例は、選択するモノクロ

メータと試料については測定例 2 と同じである。測定例 3 は、インプレーン回折測定によって、SOS の $\text{Si}(220)$ を測定している。図 20 (a) は測定例 3 の配置であり、 2θ は 47.5° 付近である。なお、 $\text{Si}(220)$ を測定してから、試料 136 を 180° だけ ω 回転すれば、 $\text{Si}(2, -2, 0)$ も測定できる。

【0059】

測定例 4 は、インプレーン回折測定によって、SOS の $\text{Si}(440)$ を測定している。図 20 (b) は測定例 4 の配置であり、 2θ は 107.4° 付近である。なお、 $\text{Si}(440)$ を測定してから、試料 136 を 180° だけ ω 回転して測定すれば、 $\text{Si}(4, -4, 0)$ も測定できる。

【0060】

図 21 は測定例 3 の測定結果のグラフである。また、図 22 は測定例 4 の測定結果のグラフである。

【0061】

図 23 は、測定例 2 ~ 4 に基づいて試料中の歪を解析することを説明するグラフである。横軸は、サファイア基板上の単結晶シリコン薄膜の各格子面のブラッグ角 θ_B であり、縦軸は、そのブラッグ角における回折ピークの幅 $\delta\theta_B$ である。回折ピークの幅 $\delta\theta_B$ としては、回折ピークの半価幅を採用している。測定例 2 のグラフ (図 19) に基づいて、 $\text{Si}(400)$ のブラッグ角 θ_B と回折ピークの幅 $\delta\theta_B$ とが求まり、これが図 23 のグラフ中の中央の黒丸である。測定例 3 のグラフ (図 21) からは、 $\text{Si}(220)$ のブラッグ角 θ_B と回折ピークの幅 $\delta\theta_B$ が求まり、これが図 23 のグラフ中の左側の黒丸である。測定例 4 のグラフ (図 22) からは、 $\text{Si}(440)$ のブラッグ角 θ_B と回折ピークの幅 $\delta\theta_B$ が求まり、これが図 23 のグラフ中の右側の黒丸である。これらの測定値からシミュレーション曲線 138 を求めることができる。このシミュレーション曲線 138 に基づいて、インプレーン方向の格子定数において、 $\delta d/d = 0.00107$ の歪が生じていることが分かる。

【0062】

【発明の効果】

この発明のX線回折装置は、回折平面を共通にしてインプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定を実施することができるので、共通する回折平面内で分解能を高める工夫さえすれば、インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定をどちらも高分解能で実施できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定を説明する斜視図である。

【図 2】

この発明のX線回折装置のひとつの実施形態を示す斜視図である。

【図 3】

試料支持機構と受光光学系回転台の斜視図である。

【図 4】

試料支持機構と受光光学系回転台の動きを示す斜視図である。

【図 5】

図 2 に示したX線回折装置の平面図である。

【図 6】

多層膜ミラーの斜視図である。

【図 7】

入射側モノクロメータ装置の内部を模式的に示す斜視図である。

【図 8】

4 結晶モノクロメータと 2 結晶モノクロメータとソーラースリットのそれぞれの作用を示す平面図である。

【図 9】

サインバー方式の微調整機構を示す平面図である。

【図 10】

アナライザー装置の内部を模式的に示す斜視図である。

【図 11】

図 5 に示したX線回折装置でインプレーン回折測定をするときの状態を示す平

面図である。

【図 1 2】

図 2 に示した X 線回折装置をアウトオブプレーン回折測定用に変更する方法を示す斜視図である。

【図 1 3】

図 1 2 に示した X 線回折装置の平面図である。

【図 1 4】

図 1 3 に示した X 線回折装置でアウトオブプレーン回折測定をするときの状態を示す平面図である。

【図 1 5】

多層膜ミラーの変更例を示す斜視図である。

【図 1 6】

測定例 1 におけるモノクロメータと試料の配置図である。

【図 1 7】

測定例 1 の測定結果のグラフである。

【図 1 8】

測定例 2 におけるモノクロメータと試料の配置図である。

【図 1 9】

測定例 2 の測定結果のグラフである。

【図 2 0】

測定例 3 と測定例 4 におけるモノクロメータと試料の配置図である。

【図 2 1】

測定例 3 の測定結果のグラフである。

【図 2 2】

測定例 4 の測定結果のグラフである。

【図 2 3】

歪解析のグラフである。

【符号の説明】

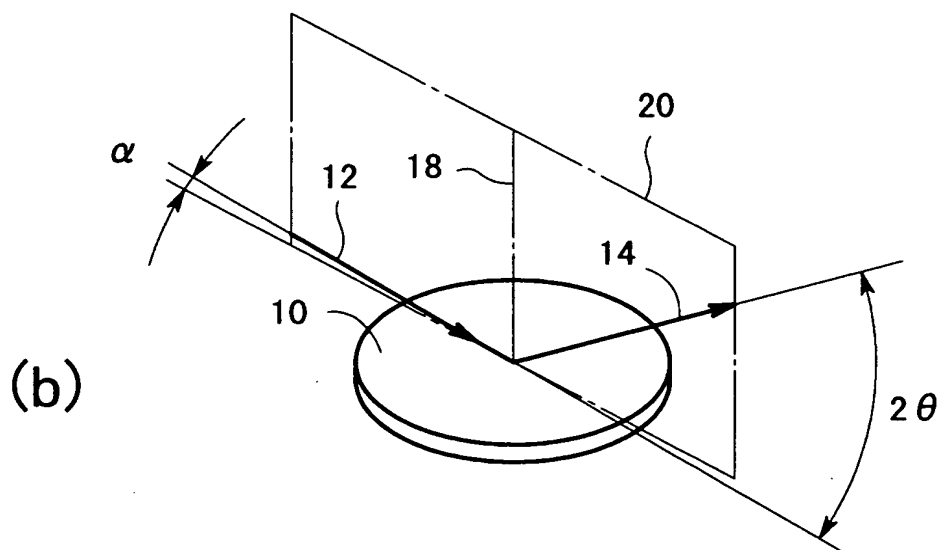
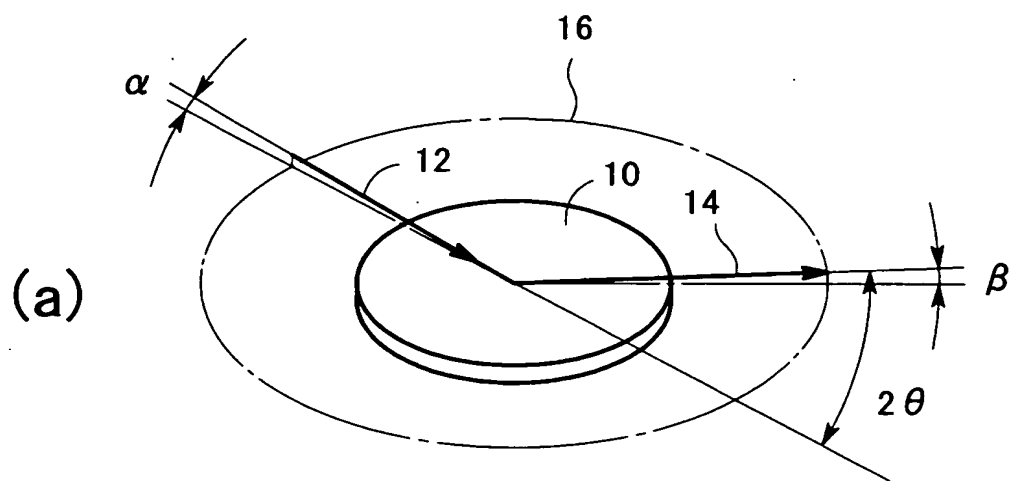
22 入射光学系

- 2 4 試料支持機構
- 2 6 受光光学系
- 3 0 受光光学系回転台
- 3 2 第 1 の回転中心線
- 3 4 湾曲ガイド回転台
- 3 6 湾曲ガイド
- 3 7 第 2 の回転中心線
- 4 0 姿勢変更台
- 4 2 試料回転台
- 4 5 試料回転台の回転中心線
- 4 6 調整台支持台
- 4 8 第 1 調整台
- 5 0 第 2 調整台
- 5 2 昇降台
- 5 4 第 1 の並進ガイド
- 5 6 第 2 の並進ガイド
- 5 8 試料台
- 6 0 試料
- 6 1 試料表面の法線
- 6 6 X線管
- 6 8 多層膜ミラー装置
- 7 0 入射側モノクロメータ装置
- 7 6 多層膜ミラー
- 8 2 アナライザー装置
- 8 4 X線検出器
- 9 2 検出器支持台

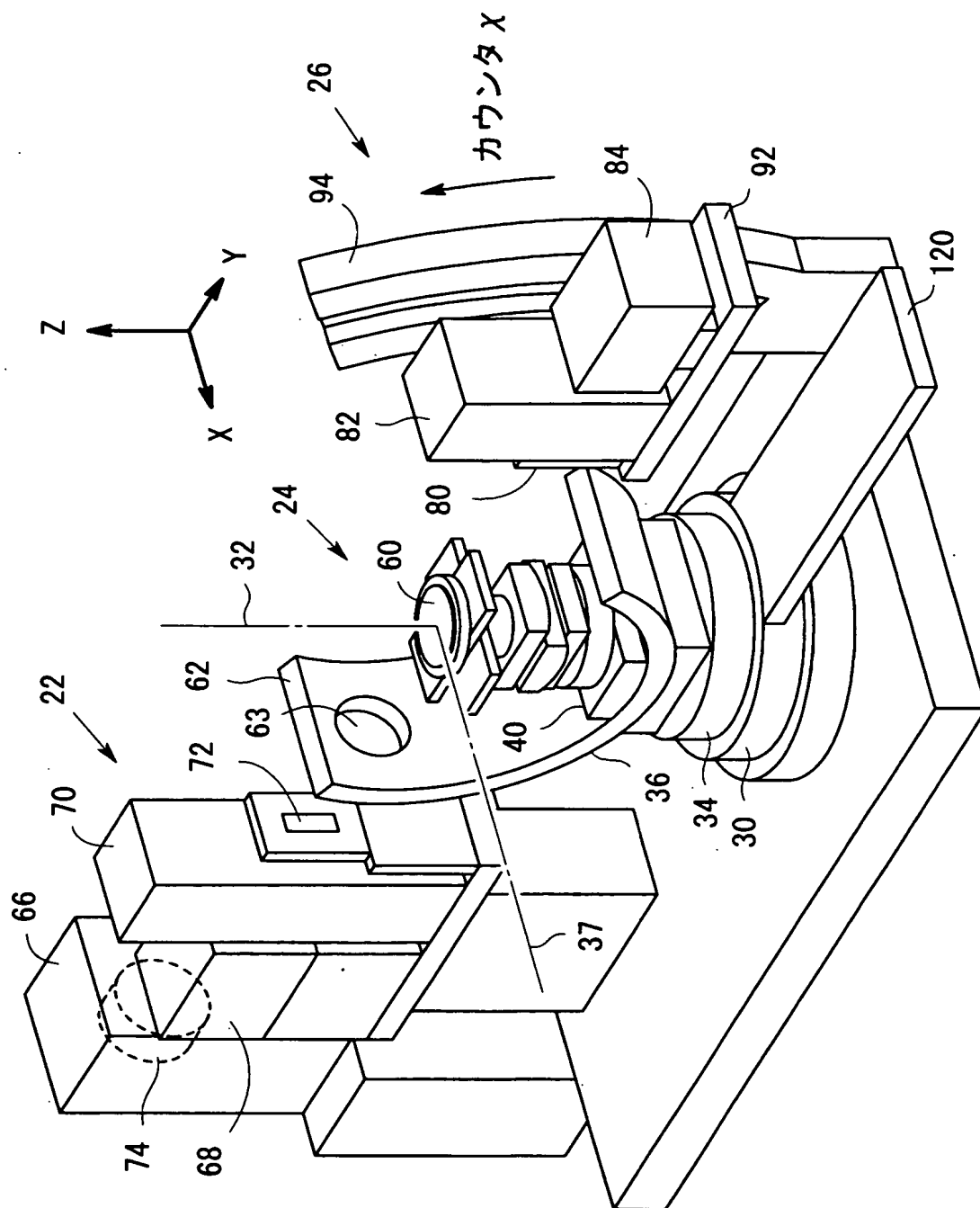
【書類名】

図面

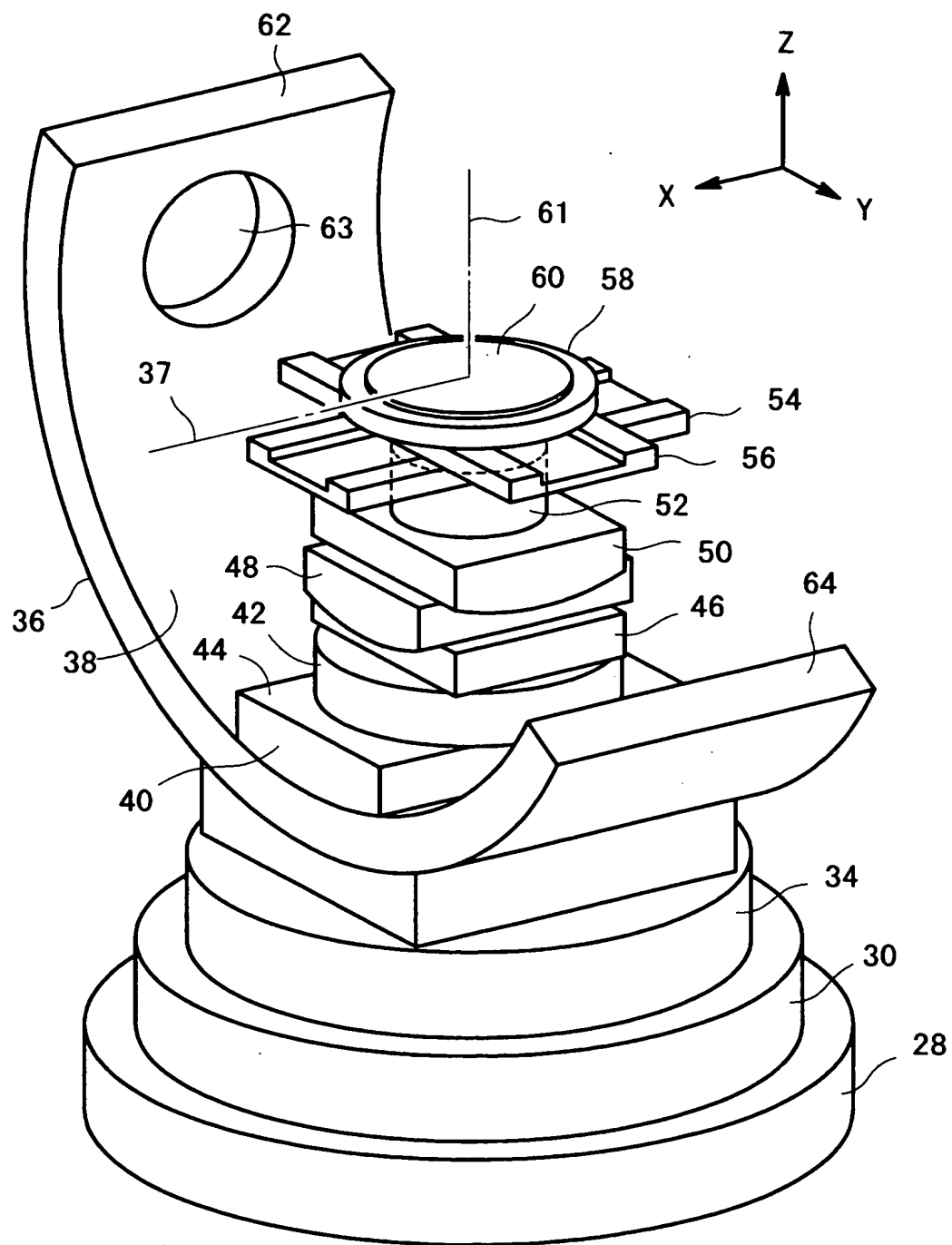
【図 1】



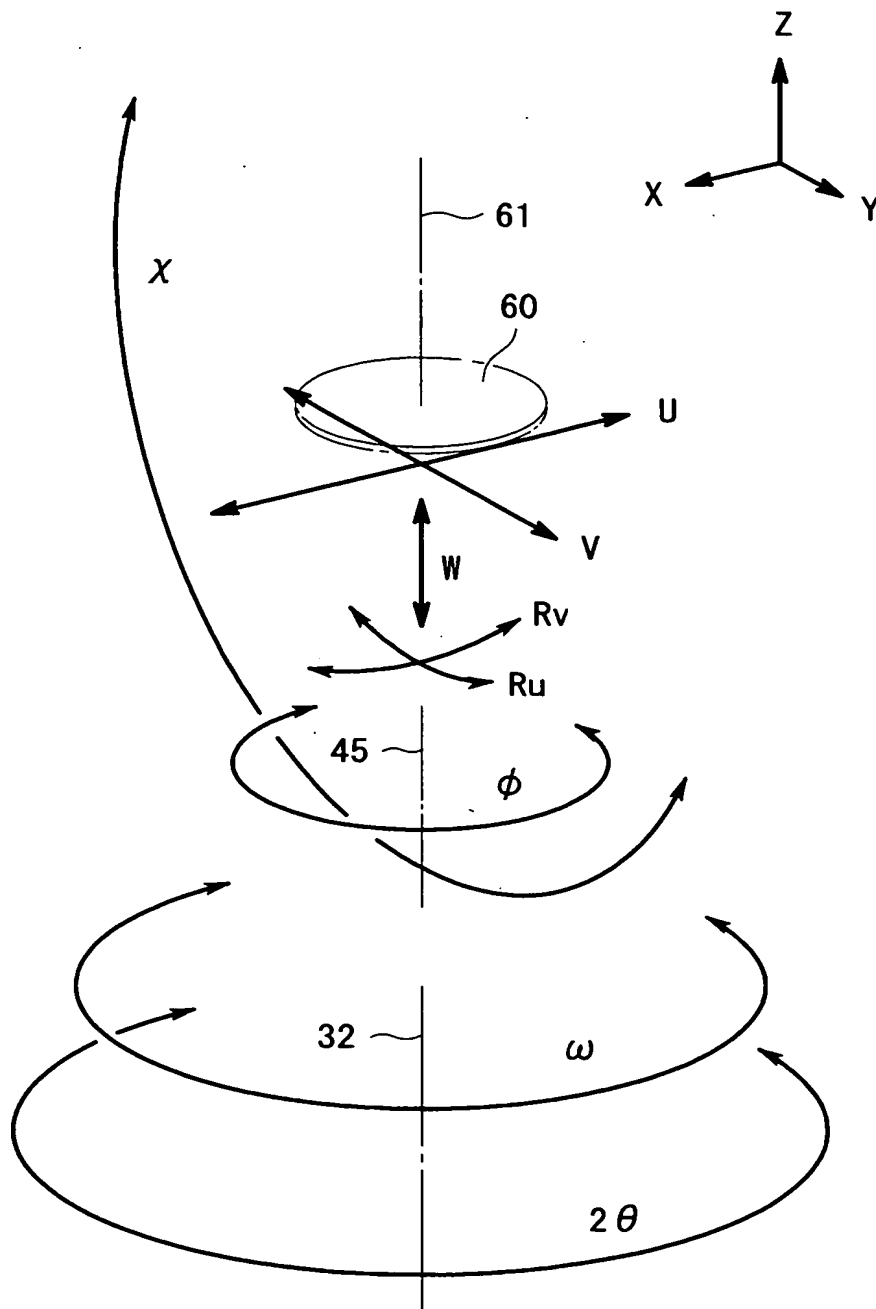
【図 2】



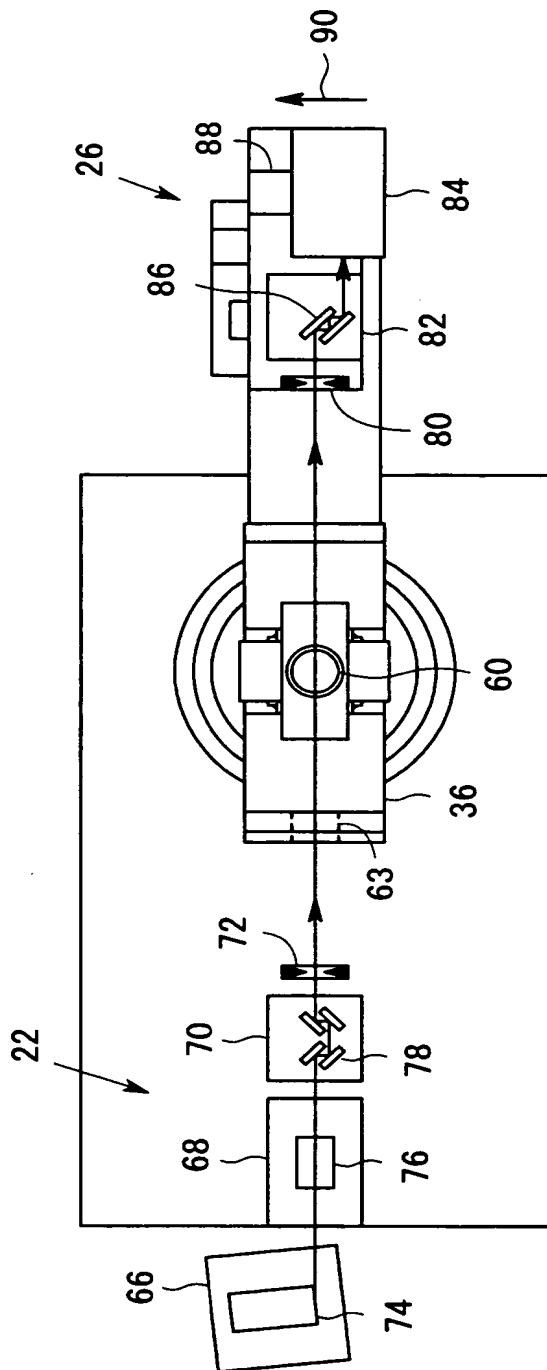
【図 3】



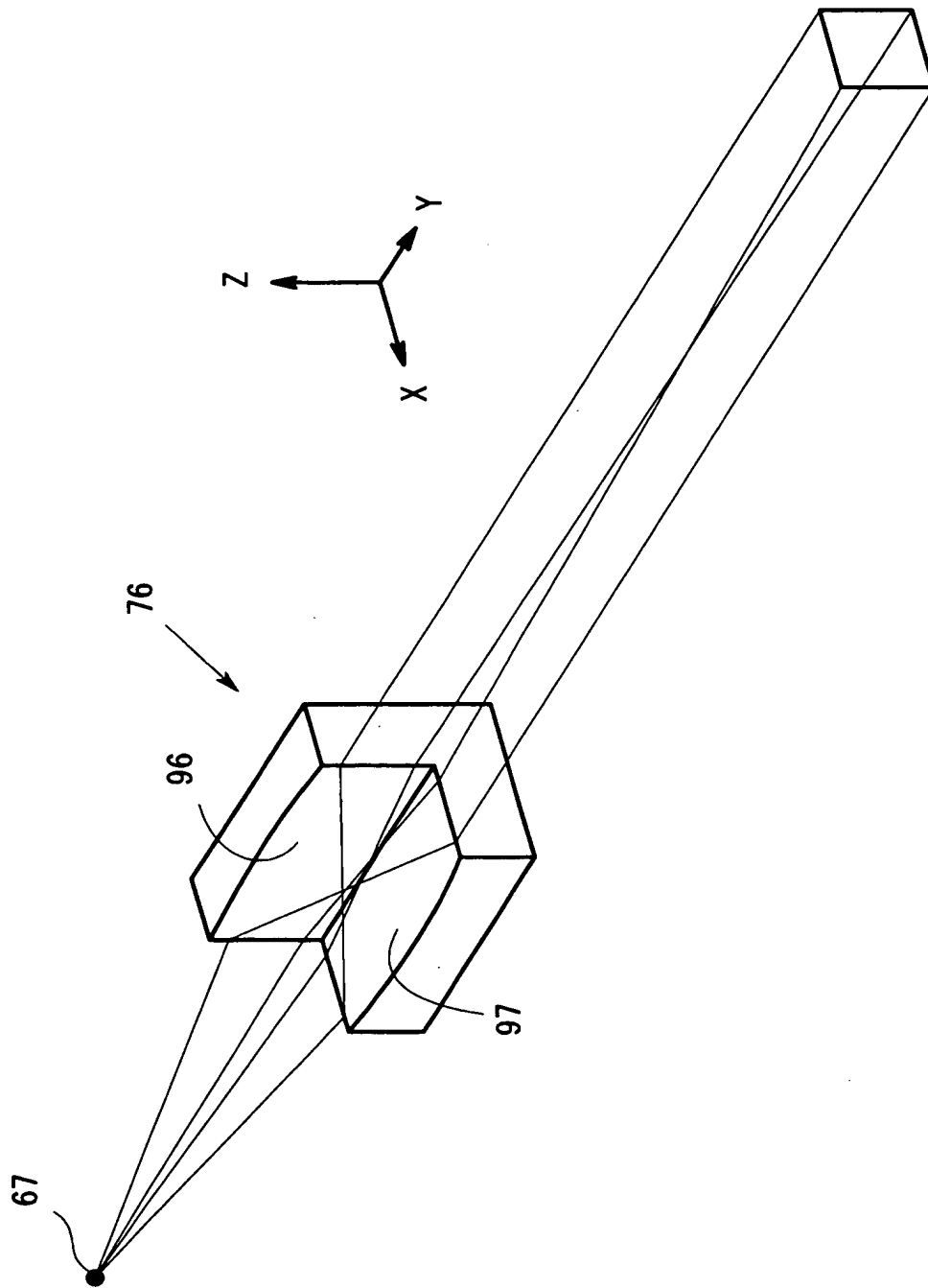
【図 4】



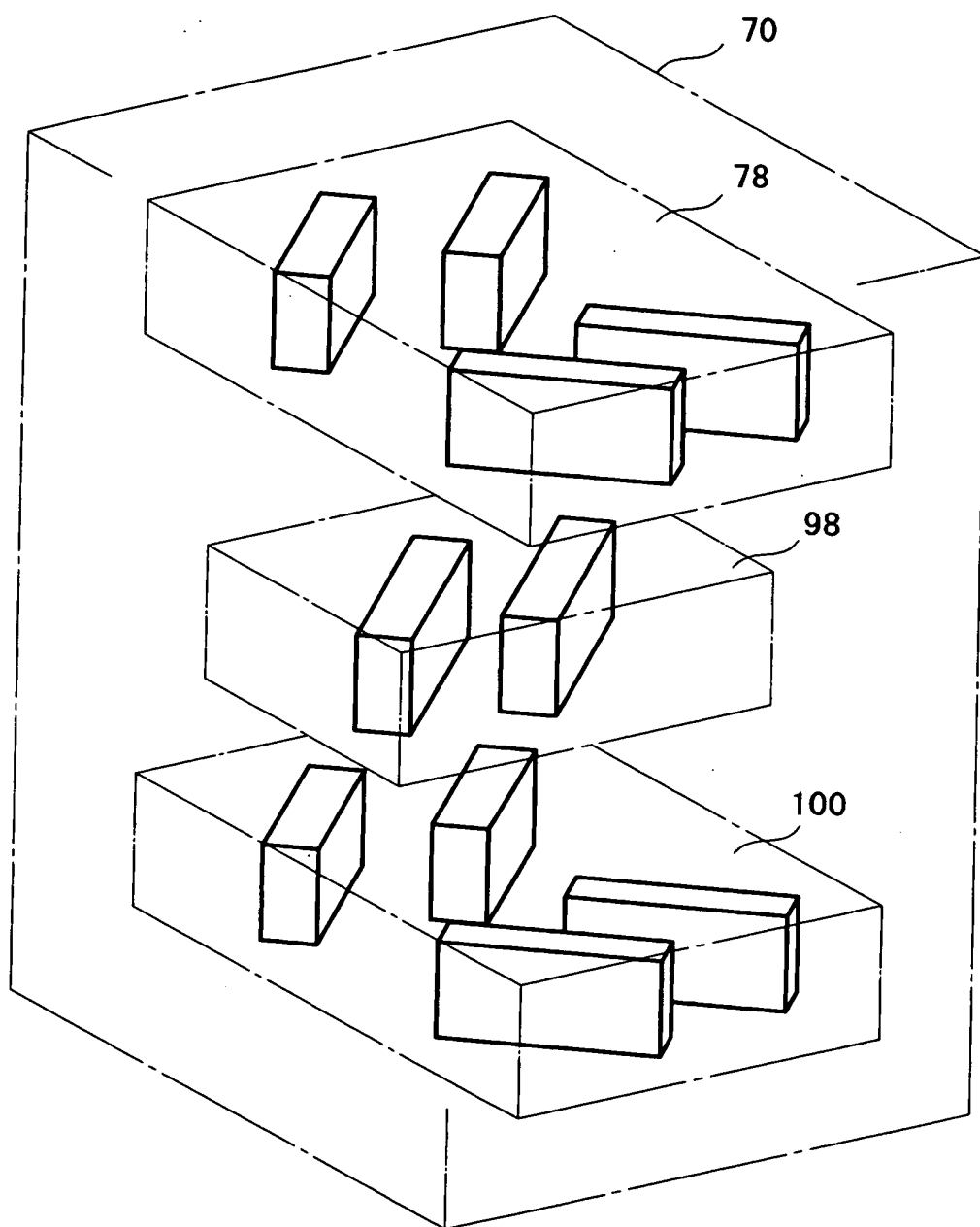
【図 5】



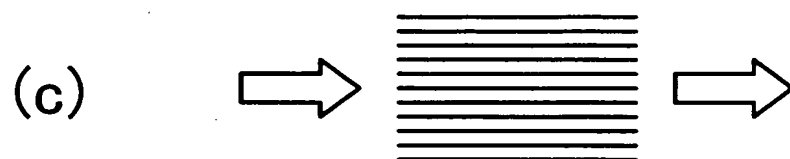
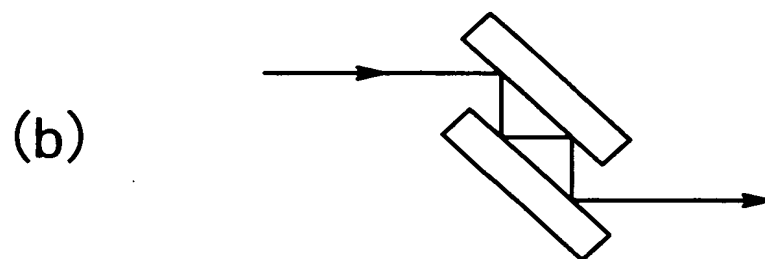
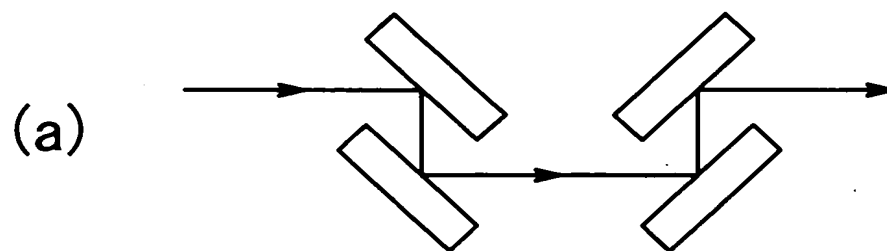
【図 6】



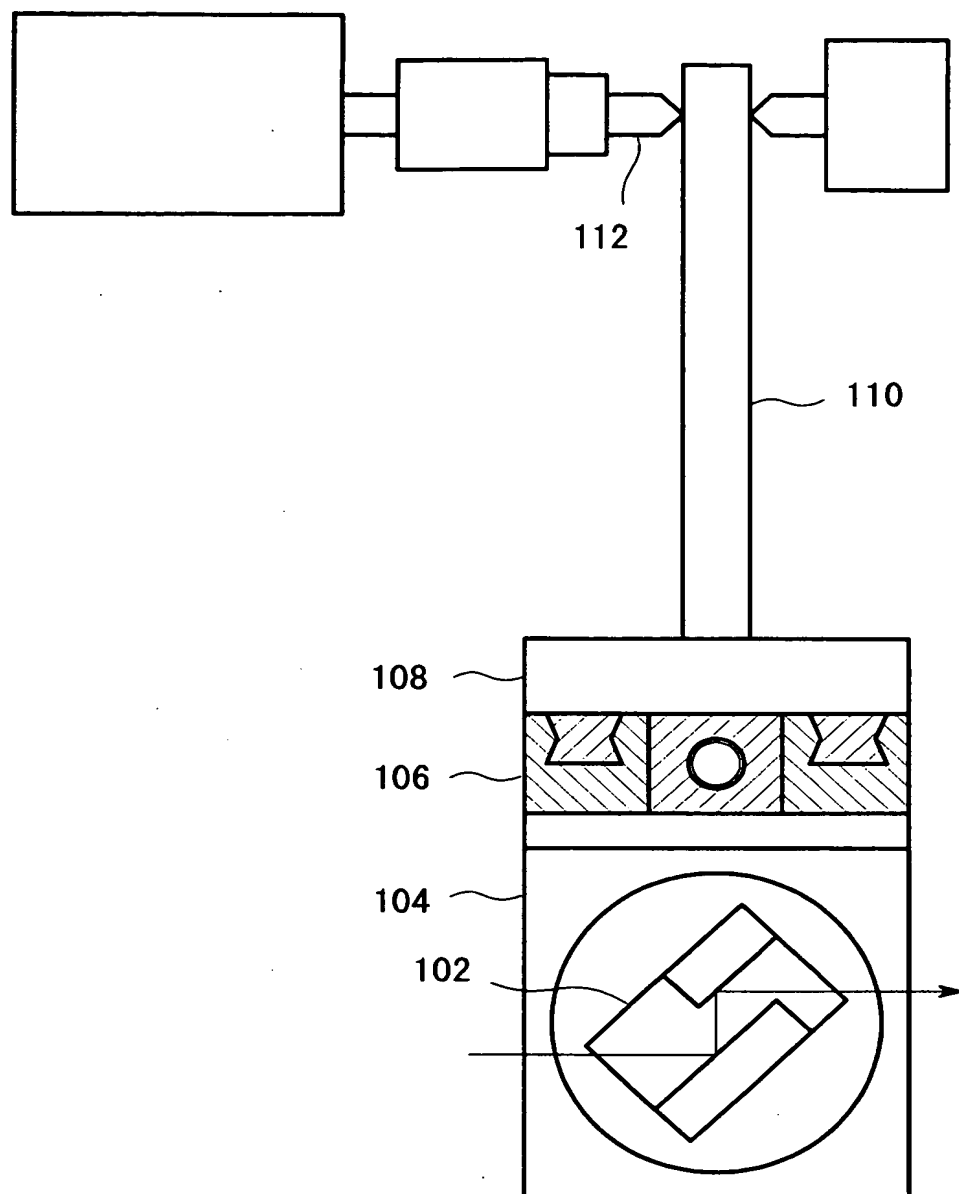
【図 7】



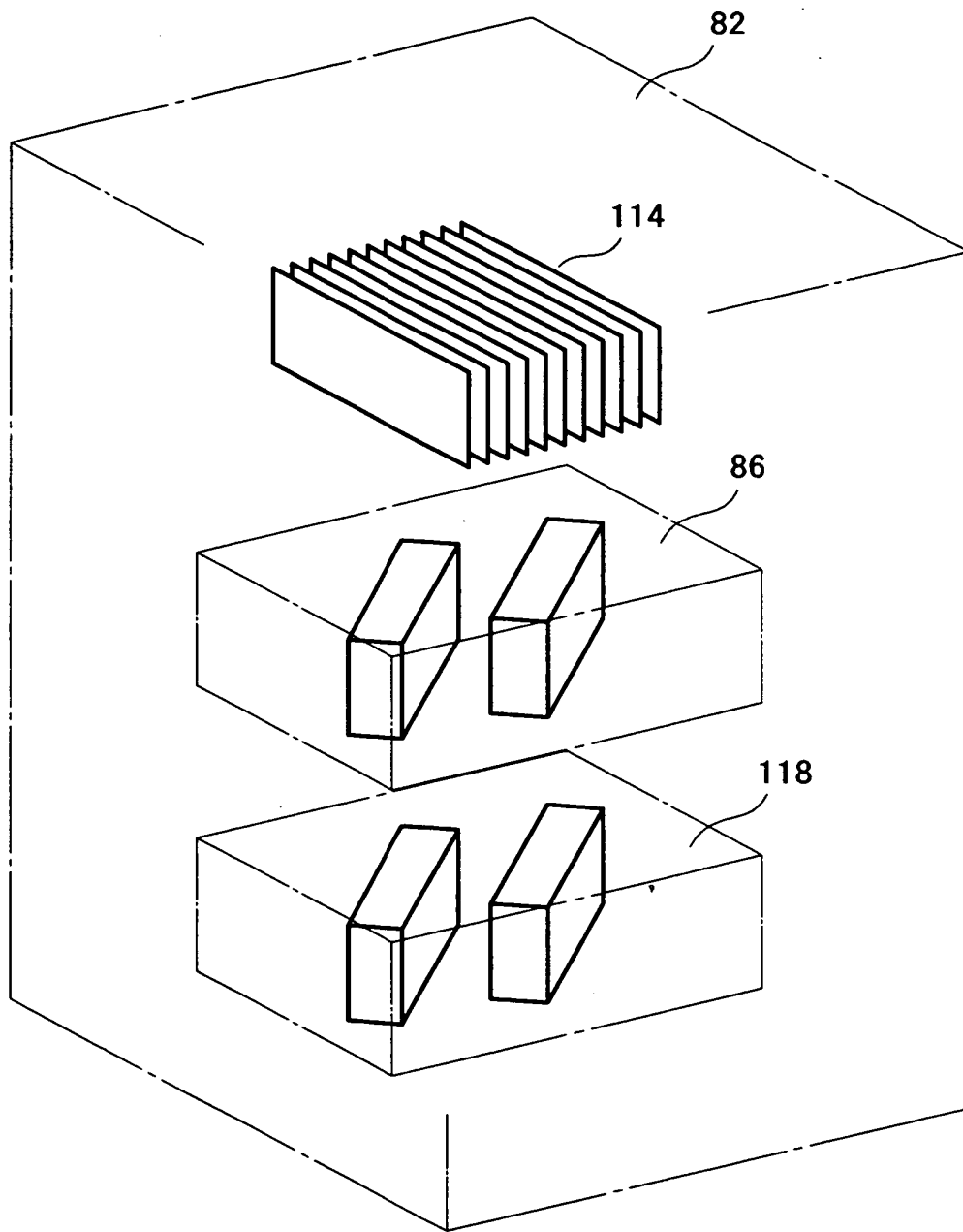
【図 8】



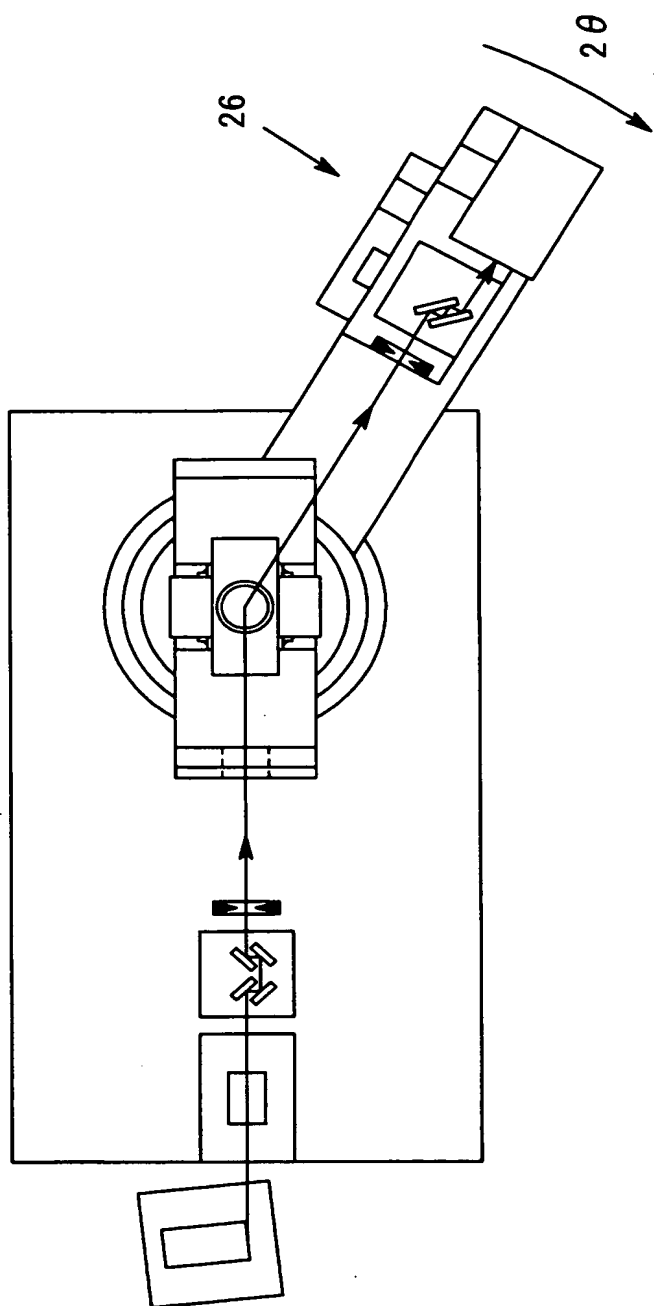
【図 9】



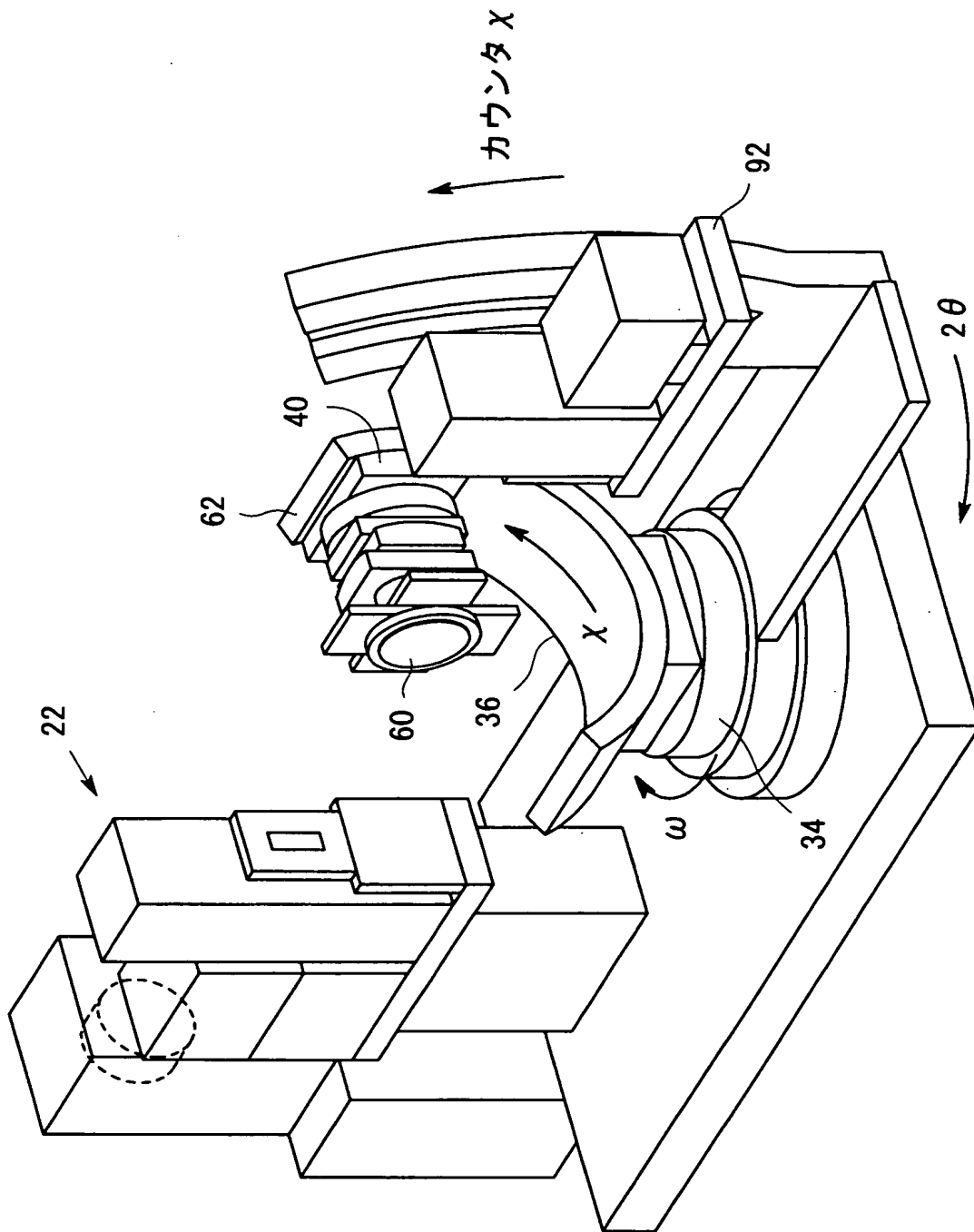
【図 10】



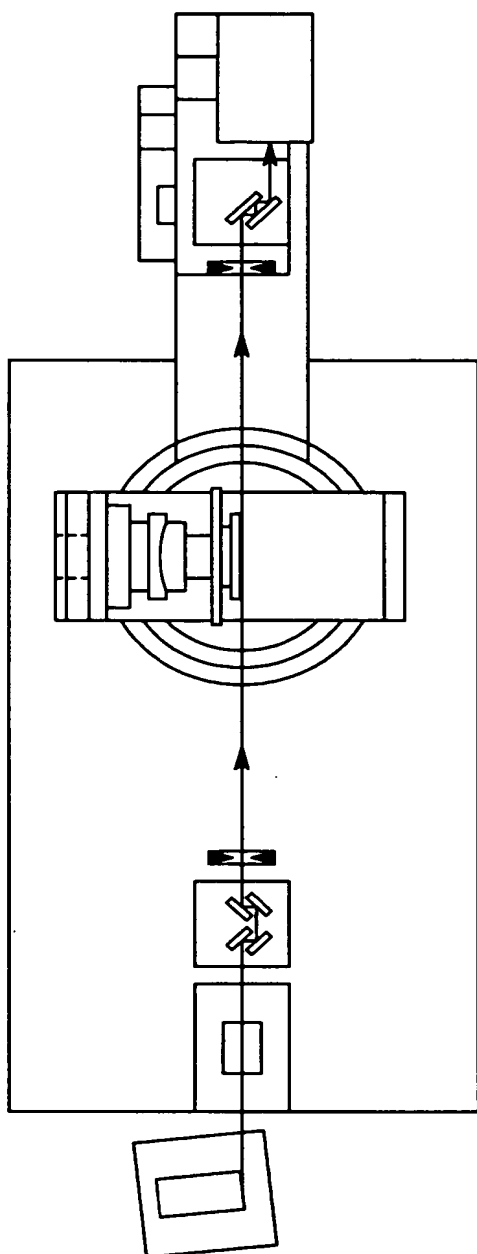
【図 11】



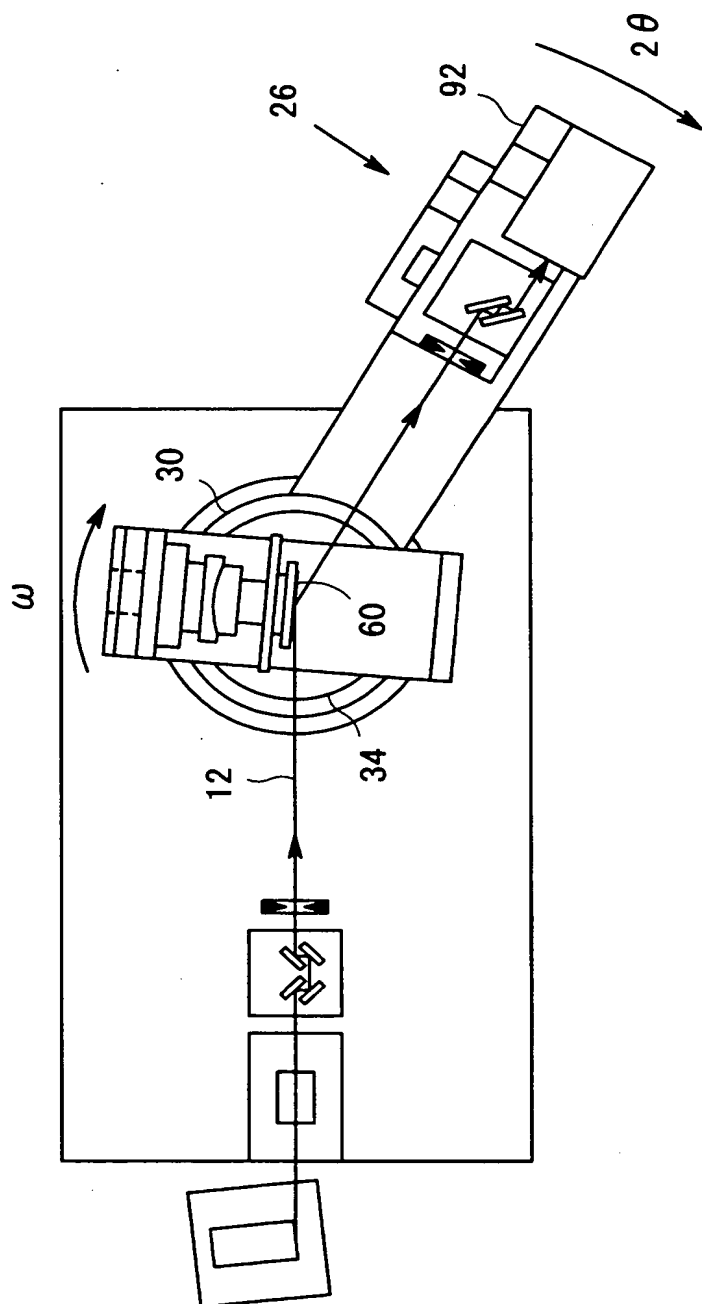
【図 12】



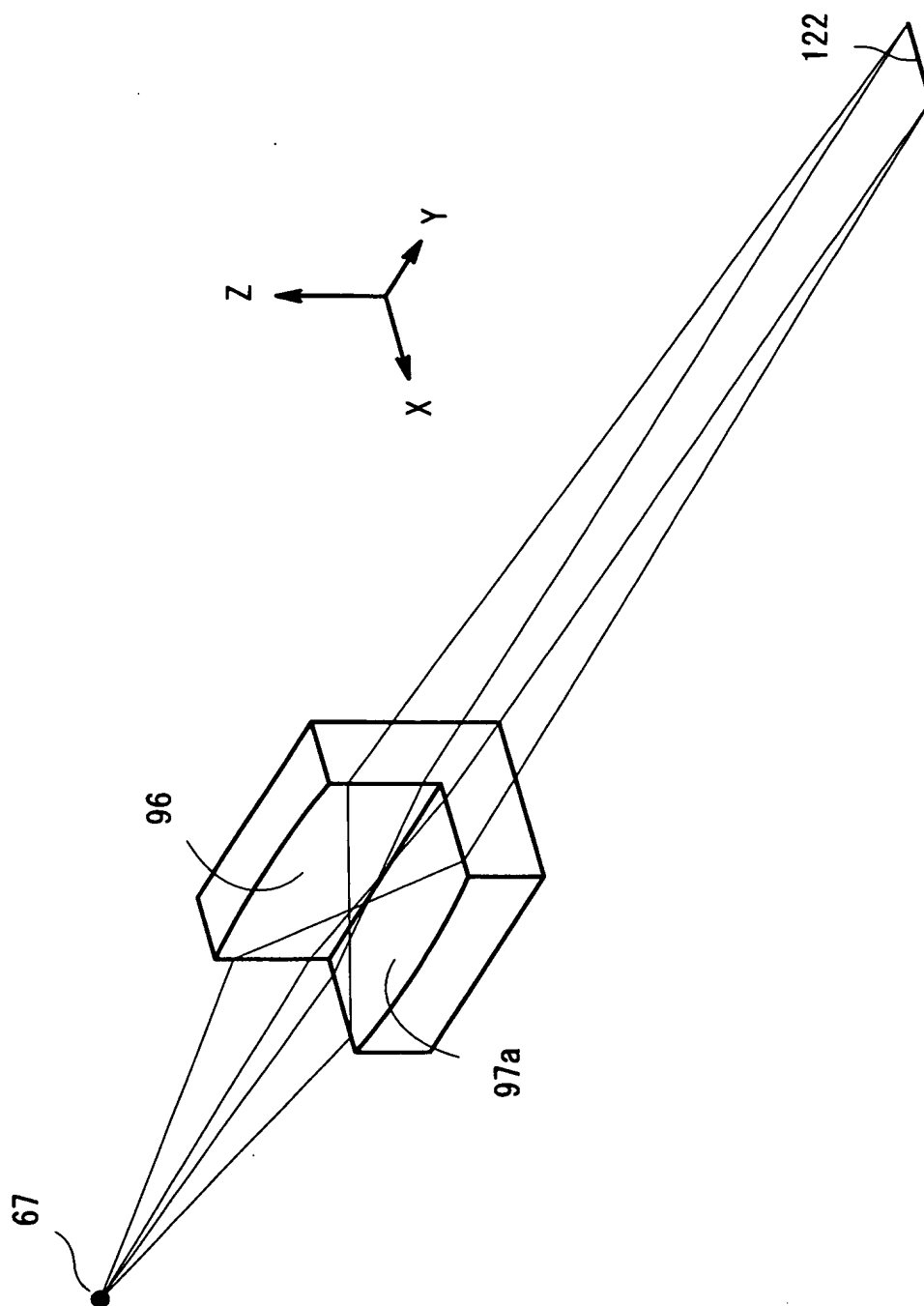
【図 13】



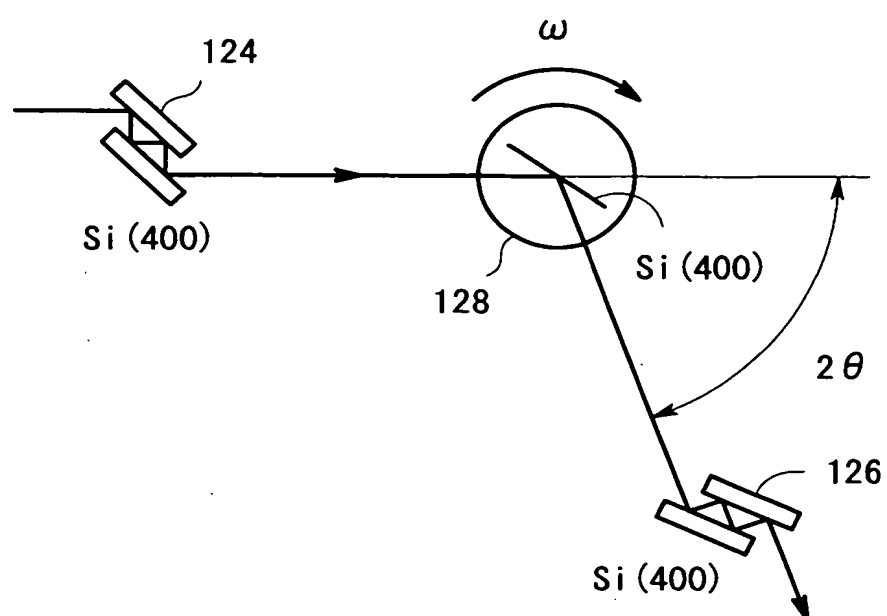
【図 14】



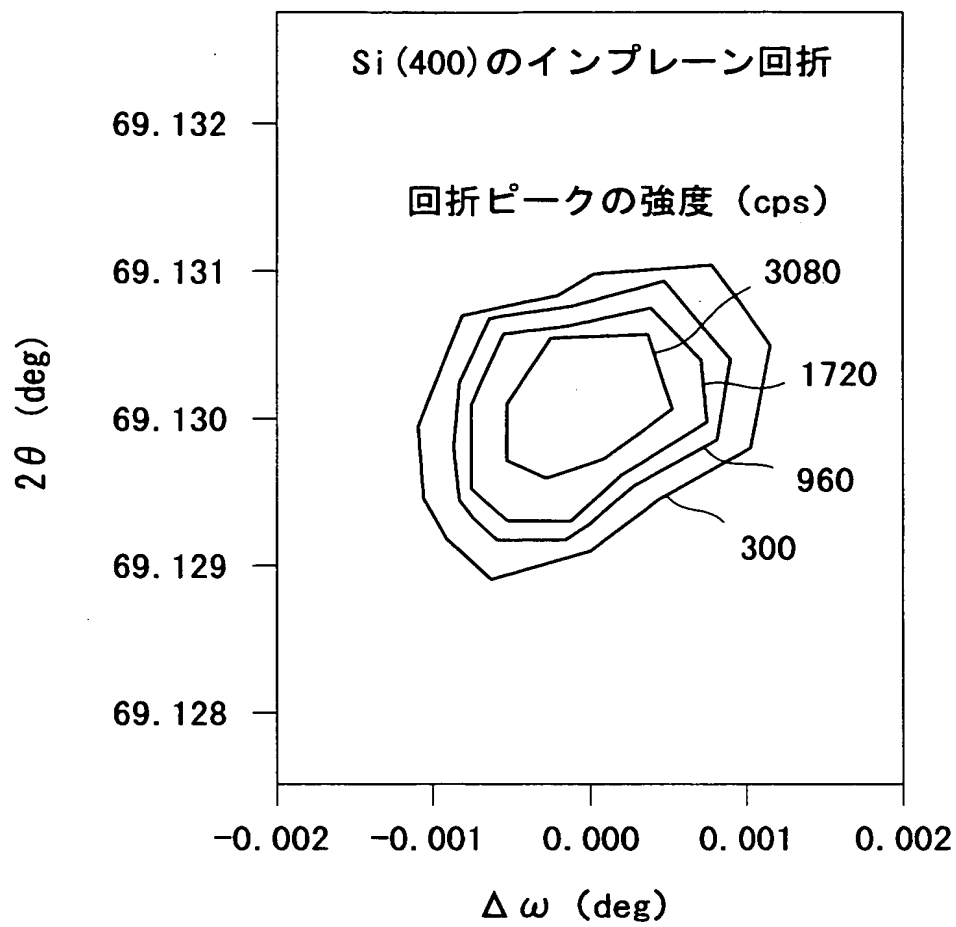
【図 15】



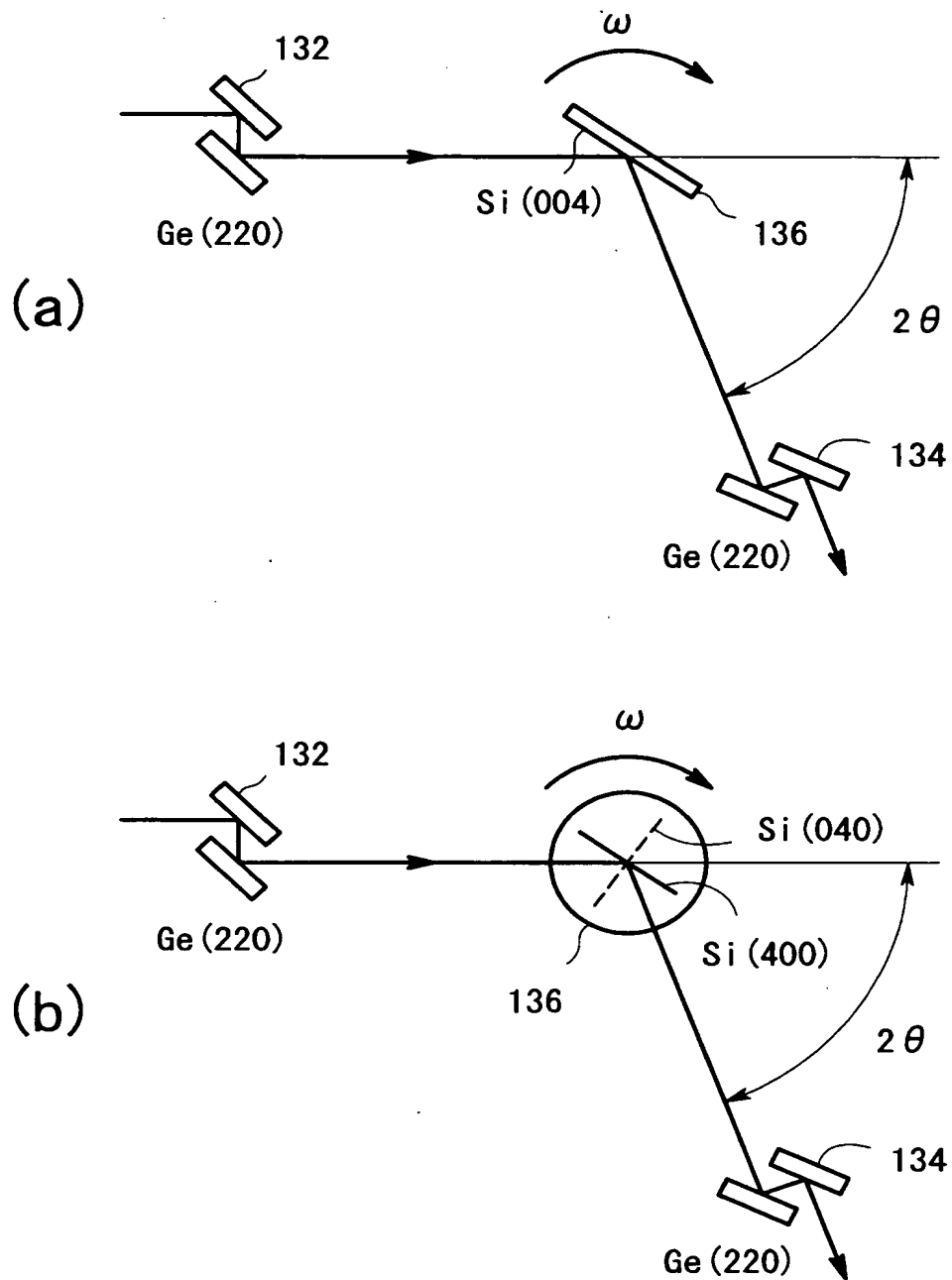
【図 16】



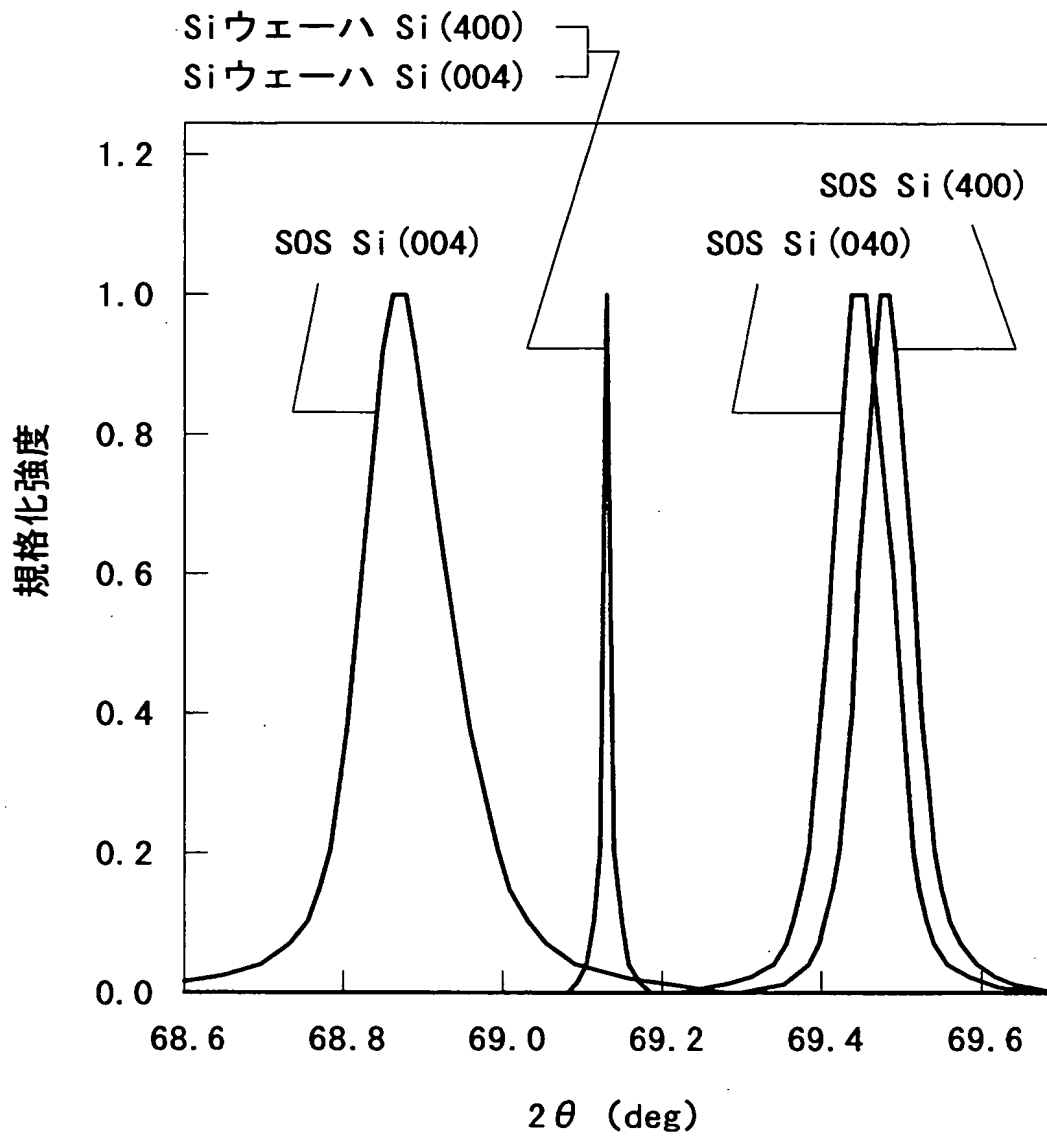
【図 17】



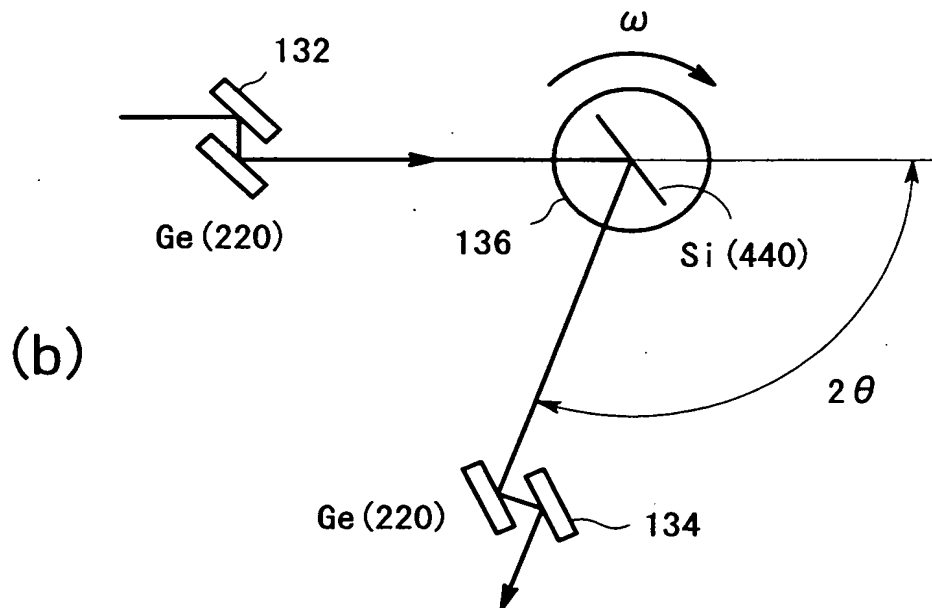
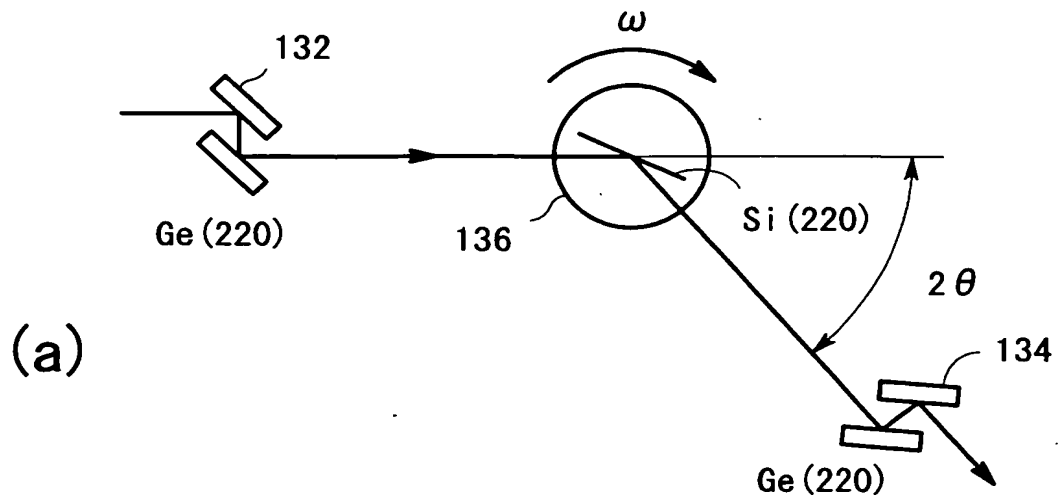
【図 18】



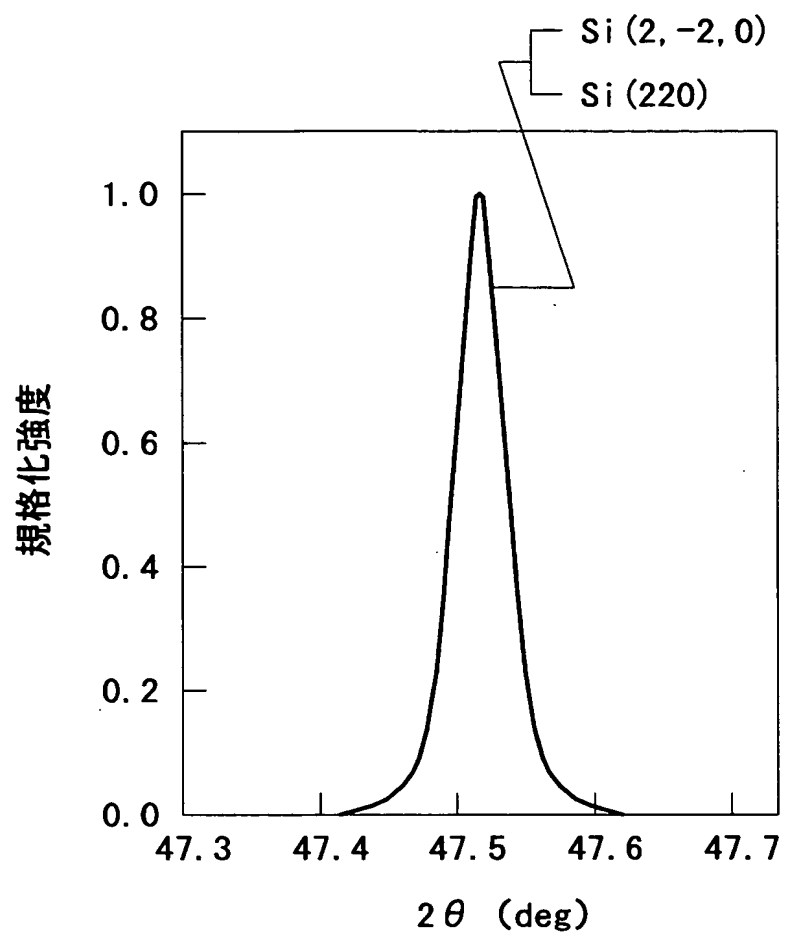
【図 19】



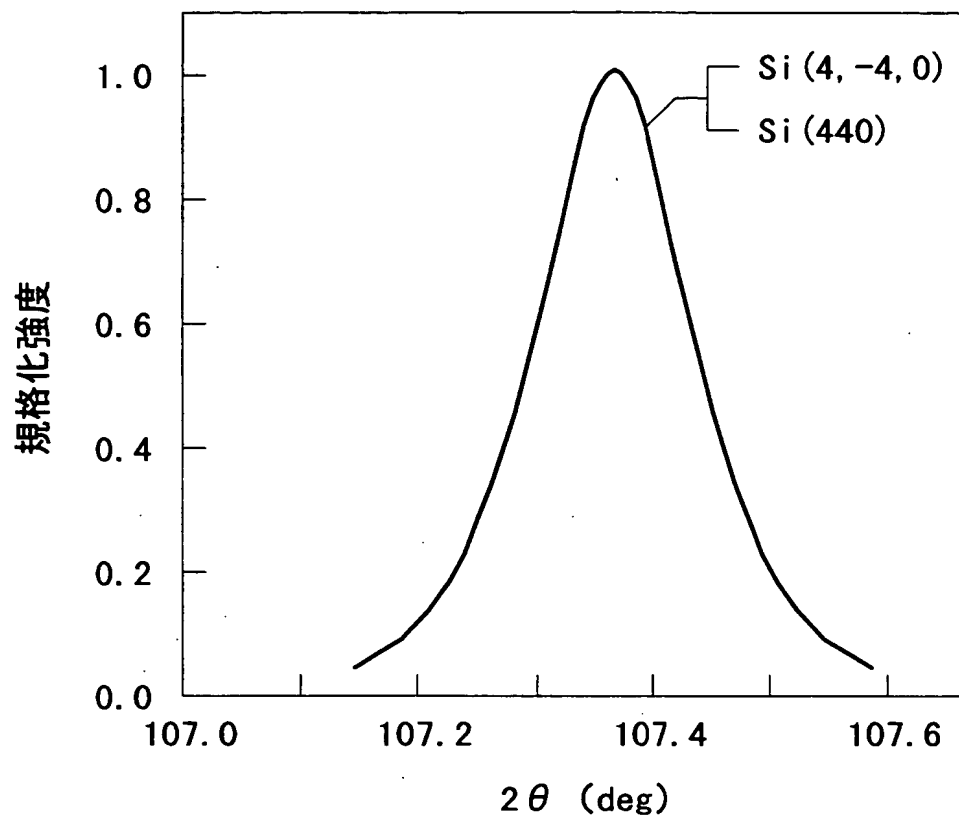
【図 20】



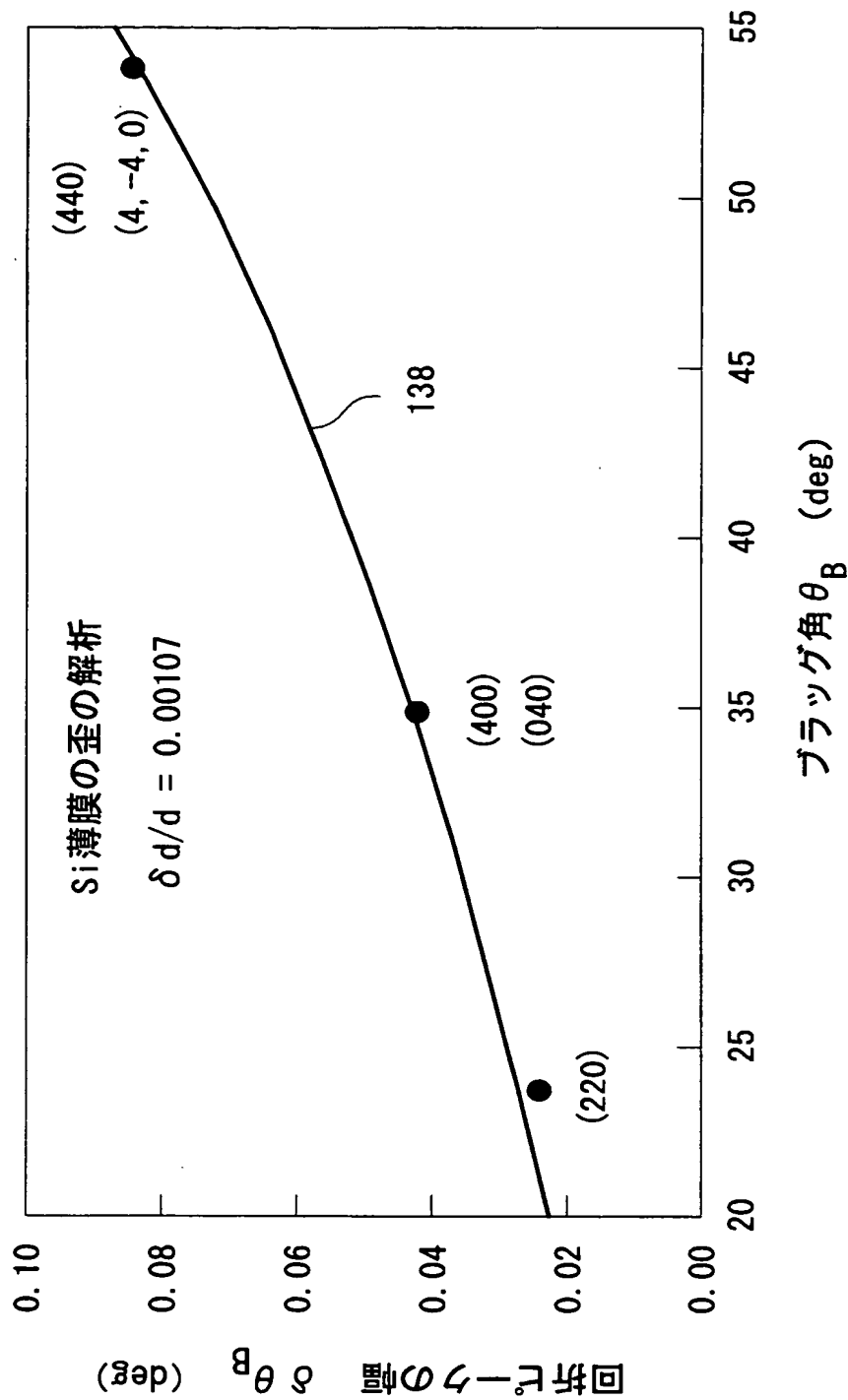
【図 21】



【図 22】



【図 23】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 インプレーン回折測定とアウトオブプレーン回折測定の両方が可能で、かつ、どちらの回折測定も高分解能の測定ができるようにする。

【解決手段】 入射光学系 22 から出射した X 線は、試料支持機構 24 に支持された試料 60 に入射して、そこからの回折 X 線が受光光学系 26 で検出される。入射光学系 22 は X 線源 66 と多層膜ミラー装置 68 とを備えている。試料支持機構 24 の姿勢制御手段 36、40 は、試料 60 の法線 61 が第 1 の回転中心線 32 に平行になるように試料 60 を第 1 の姿勢に維持する状態と、垂直になるように第 2 の姿勢に維持する状態とを切り替える。試料 60 を第 1 の姿勢に維持して受光光学系 26 を第 1 の回転中心線 32 の回りに回転させると、インプレーン回折測定が可能になる。一方、試料 60 を第 2 の姿勢に維持して受光光学系 26 を同様に回転させると、アウトオブプレーン回折測定が可能になる。

【選択図】 図 2



特願 2003-084055

出願人履歴情報

識別番号

[000250339]

1. 変更年月日 1990年 8月 6日
[変更理由] 新規登録
 住 所 東京都新宿区西新宿4-15-3
 氏 名 理学電機株式会社

2. 変更年月日 1994年 4月 8日
[変更理由] 住所変更
 住 所 東京都昭島市松原町3丁目9番12号
 氏 名 理学電機株式会社